

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-219009
(43)Date of publication of application : 26.09.1991

(51)Int.Cl.

C21D 6/00

C22C 45/02

(21)Application number : 02-231854
(22)Date of filing : 31.08.1990

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD
(72)Inventor : YOSHIZAWA KATSUTO
YAMAUCHI KIYOTAKA
OGUMA SHIGERU

(30)Priority

Priority number : 61297938
62 58577
62137995

Priority date : 15.12.1986
13.03.1987
01.06.1987

Priority country : JP
JP
JP

(54) PRODUCTION OF FE-BASE SOFT-MAGNETIC ALLOY

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce an Fe-base soft-magnetic alloy excellent in high frequency magnetic properties, etc., and reduced in magnetostriction by temporarily applying rapid solidification to a molten metal of the undermentioned alloy, subjecting the resulting amorphous alloy to heat treatment, and regulating the structure so that fine crystalline grains of specific grain size comprise the greater part of the structure at the time of producing an Fe-base soft-magnetic alloy with a specific composition.

CONSTITUTION: A ribbon-shaped amorphous alloy of about 5-100 μ thickness is formed by means of rapid solidification by chill block melt spinning from a molten metal having a composition (atomic%) represented by a general formula, where M means Co and/or Ni, M' means one element selected from Nb, W, Ta, Zr, Hf, Ti, and Mo, $0 \leq a \leq 0.5$, $0.1 \leq x \leq 30$, $0 \leq y \leq 30$, $0 \leq z \leq 25$, $5 \leq y+x \leq 30$, and $0.1 \leq a \leq 30$. This amorphous ribbon is worked into the prescribed shape by means of coiling, punching, etching, etc., and heat-treated in vacuum or in an inert gas atmosphere at 450-700°C for 5min-24 hr, by which a structure in which fine crystalline grains of $\leq 1000\text{\AA}$; average grain size comprise at least 50% is formed. By this method, the Fe-base soft-magnetic alloy reduced in core loss and also reduced in the change in core loss with the lapse of time can be obtained.

⑫ 公開特許公報(A)

平3-219009

⑤ Int. Cl.⁵C 21 D 6/00
C 22 C 45/02

識別記号

C 6813-4K
A 6813-4K

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)9月26日

審査請求 有 発明の数 4 (全45頁)

⑭ 発明の名称 Fe基軟磁性合金の製造方法

⑰ 特 願 平2-231854

⑱ 出 願 昭62(1987)12月15日

⑲ 特 願 昭62-317189の分割

優先権主張 ⑳ 昭61(1986)12月15日㉑ 日本(JP)㉒ 特願 昭61-297938

⑳ 発 明 者 吉 沢 克 仁 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社磁性材料
研究所内㉑ 発 明 者 山 内 清 隆 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社磁性材料
研究所内㉒ 発 明 者 小 熊 繁 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社磁性材料
研究所内

㉓ 出 願 人 日立金属株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

㉔ 代 理 人 弁理士 高石 橘馬

最終頁に続く

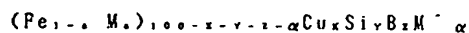
明 細 書

1. 発明の名称

Fe基軟磁性合金の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 一般式:



(ただし、MはCo及び/又はNiであり、M'はNb, W, Ta, Zr, Hf, Ti及びMoからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素であり、a, x, y, z及びαはそれぞれ $0 \leq a \leq 0.5$, $0.1 \leq x \leq 3$, $0 \leq y \leq 30$, $0 \leq z \leq 25$, $5 \leq y+z \leq 30$ 及び $0.1 \leq \alpha \leq 30$ を満たす。)により表される組成を有し、組織の少なくとも50%が1000Å以下の平均粒径を有する微細な結晶粒からなり、残部が実質的に非晶質であるFe基軟磁性合金を製造する方法であって、前記組成の溶湯を急冷することにより非晶質合金とする工程と、これにその平均粒径が1000Å以下の微細な結晶粒を形成するための熱処理を施す工程とを含むことを特徴とするFe基軟磁性合金の製造方法。

(2)特許請求の範囲第1項に記載の製法において、前記熱処理工程が前記非晶質合金を450℃~700℃に5分~24時間保持するものであることを特徴とする方法。

(3)特許請求の範囲第1項又は2項に記載の製法において、熱処理を磁場中で行うことを特徴とする方法。

(4)一般式:



(原子%)

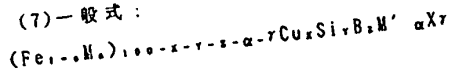
(ただし、MはCo及び/又はNiであり、M'はNb, W, Ta, Zr, Hf, Ti及びMoからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素、M''はV, Cr, Mn, Al, 白金属元素, Sc, Y, 希土類元素, Au, Zn, Sn, Reからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素であり、a, x, y, z, α及びβはそれぞれ $0 \leq a \leq 0.5$, $0.1 \leq x \leq 3$, $0 \leq y \leq 30$, $0 \leq z \leq 25$, $5 \leq y+z \leq 30$, $0.1 \leq \alpha \leq 30$, 及び $\beta \leq 10$ を満たす。)により表される組成を有し、組織の少なくとも50%が1000Å以下の平均粒径

を有する微細な結晶粒からなり、残部が実質的に非晶質であるFe基軟磁性合金を製造する方法であって、前記組成の溶湯を急冷することにより非晶質合金とする工程と、これにその平均粒径が1000Å以下の微細な結晶粒を形成するための熱処理を施す工程とを含むことを特徴とするFe基軟磁性合金の製造方法。

(5)特許請求の範囲第4項に記載の製法において、前記熱処理工程が前記非晶質合金を450℃～700℃に5分～24時間保持するものであることを特徴とする方法。

(6)特許請求の範囲第4項又は第5項に記載の製法において、熱処理を磁場中で行うことを特徴とする方法。

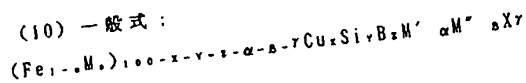
(7)一般式：



(原子%)

(ただし、MはCo及び/又はNiであり、M'はNb, W, Ta, Zr, Hf, Ti及びMoからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素、XはC, Ge, P, Ga,

(10)一般式：



(原子%)

(ただし、MはCo及び/又はNiであり、M'はNb, W, Ta, Zr, Hf, Ti及びMoからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素、M''はV, Cr, Mn, Al, 白金族元素, Sc, Y, 希土類元素, Au, Zn, Sn, Reからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素、XはC, Ge, P, Ga, Sb, In, Be, Asからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素であり、 $0 \leq a \leq 0.5$, $0.1 \leq x \leq 3$, $0 \leq y \leq 30$, $0 \leq z \leq 25$, $5 \leq y + z \leq 30$, $0.1 \leq \alpha \leq 30$, $\beta \leq 10$ 及び $\gamma \leq 10$ を満たす。)により表される組成を有し、組織の平均粒径を少なくとも50%が1000Å以下の平均粒径を有する微細な結晶粒からなり、残部が実質的に非晶質であるFe基軟磁性合金を製造する方法であって、前記組成の溶湯を急冷することにより非晶質合金とする工程と、これにその平均粒径が1000Å以下の微細な結晶粒を形成するための熱処

理を施す工程とを含むことを特徴とするFe基軟磁性合金の製造方法。

(8)特許請求の範囲第7項に記載の製法において、前記熱処理工程が前記非晶質合金を450℃～700℃に5分～24時間保持するものであることを特徴とする方法。

(9)特許請求の範囲第7項又は第8項に記載の製法において、熱処理を磁場中で行うことを特徴とする方法。

理を施す工程とを含むことを特徴とするFe基軟磁性合金の製造方法。

(11)特許請求の範囲第10項に記載の製法において、前記熱処理工程が前記非晶質合金を450℃～700℃に5分～24時間保持するものであることを特徴とする方法。

(12)特許請求の範囲第10項又は第11項に記載の製法において、熱処理を磁場中で行うことを特徴とする方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、優れた磁気特性を有するFe基軟磁性合金、特に各種トランス、チョークコイル、可飽和リアクトル、磁気ヘッド等に好適な低磁歪Fe基軟磁性合金の製造方法に関するものである。

(従来の技術及び問題点)

従来、高周波トランス、磁気ヘッド、可飽和リアクトル、チョークコイル等の磁心材料として、うず電流損が少ない等の利点を有するフェライトが主に用いられていた。しかしフェライトは飽和

磁束密度が低く、温度特性も悪いため、高周波トランスやチョークコイルに用いる場合磁心を小形化することが困難であるという欠点があった。

またこれらの用途に対しては、含浸、モールド等を行ったり、加工を行っても特性劣化が小さく、内部に歪みが残留していても比較的優れた軟磁気特性を示すという理由のために、特に磁歪が小さい合金が好まれ、使用されている。

磁歪が特に小さい軟磁性合金としては、6.5 wt % ケイ素鋼や Fe-Si-Al 合金、80wt% Ni パーマロイ合金等が知られており、飽和磁歪 $\lambda_s \approx 0$ が実現されている。

しかし、ケイ素鋼は飽和磁束密度は高いが軟磁気特性、特に高周波における透磁率やコア損失が劣るという欠点がある。Fe-Si-Al 合金は、ケイ素鋼より軟磁気特性が優れているが、Co 基アモルファス合金等と比べると十分でなく、その上、脆化しているため薄帯化しても巻いたり、加工するのがひじょうに困難な欠点がある。80wt% Ni パーマロイ合金は、飽和磁束密度が 8 KG 程度と低く、

磁歪は小さいが塑性変形しやすいため特性が変形により劣化する欠点がある。

近年、このような従来の磁心材料に対抗するものとして高い飽和磁束密度を有する非晶質磁性合金が有望視されており、種々の組成のものが開発されている。非晶質合金は主として Fe 系と Co 系に大別され、Fe 系の非晶質合金は材料コストが Co 系に比べ安くつくという利点がある反面、一般的に高周波において Co 系非晶質合金よりコア損失が大きく、透磁率も低いという問題がある。これに対し Co 系の非晶質合金は高周波のコア損失が小さく、透磁率も高いが、コア損失や透磁率の経時変化が大きく実用上問題が多い。さらに高価な Co を主原料とするため価格的不利は免れない。

このような状況化で Fe 基非晶質磁性合金について種々の提案がなされた。

特公昭 60-17019 号は、74~84 原子% の Fe と、8~24 原子% の B と、16 原子% 以下の Si 及び 3 原子% 以下の C の少なくとも 1 つとからなる組成

を有し、その構造の少なくとも 85% が非晶質金属素地の形を有し、かつ非晶質金属素地の全体にわたって不連続に分布した合金成分の結晶質析出粒子群を有しており、結晶質の粒子群は $0.05 \sim 1 \mu m$ の平均粒度及び $1 \sim 10 \mu m$ の平均粒子間距離を有しており、粒子群は全体の $0.01 \sim 0.3$ の平均容積分率を占めていることを特徴とする Fe 基含硼素磁性非晶質合金を開示している。この合金の結晶質粒子群は磁壁のピンニング点として作用する不連続な分布の $\alpha - (Fe, Si)$ 粒子群であるとされている。

しかし、この Fe 基非晶質磁性合金は不連続な結晶質粒子群の存在によりコア損失が減少しているが、それでもコア損失は依然大きく、透磁率も Co 基非晶質合金並の特性は得られず、本発明の目的とする高周波トランスやチョークの磁心用材料としては満足でない。

また特開昭 60-52557 号は Fe, Cu, B, Si, (ただし $75 \leq a \leq 85$, $0 \leq b \leq 1.5$, $10 \leq c \leq 20$, $d \leq 10$ かつ $c + d \leq 30$) からなる低損失非晶質磁

性合金を開示している。

しかし、この Fe 基非晶質合金は Cu を含有しているためにコア損失が著しく低下しているが、それでも上記結晶質粒子含有 Fe 基非晶質合金と同様に満足ではない。さらにコア損失の経時変化、透磁率等に関しても十分ではないという問題がある。

さらに、磁歪を低減する方法としては、たとえば、Mo 又は Nb によって低磁歪化を図り、併せて低損失化する試みがある (Inomate et al., J. Appl. Phys. 54(11), Nov. 1983 p6553 ~ p6557)。

しかし、Fe 基アモルファス合金の場合は飽和磁歪 λ_s と飽和磁化 M_s の 2 乗がほぼ比例関係にあることが知られており (牧野、他; 日本応用磁気学会第 4 回研究会資料 (1978), 43), 飽和磁化がほとんど零にならないと磁歪が零に近づく。このような組成ではキュリー温度が著しく低く実用材料にはならない。このため現在使用されている Fe 基アモルファス合金は磁歪が十分小さくなくておらず、含浸を行った場合等は軟磁気特性が

劣化した状態で使用されており、Co基アモルファス合金より著しく軟磁気特性は劣っている。

従って、本発明の目的はコア損失、コア損失の経時変化、透磁率その他の磁気特性に優れた新規なFe基軟磁性合金を製造する方法を提供することである。

本発明のもう1つの目的は、軟磁気特性(特に高周波磁気特性)に優れ、含浸や変形等による特性劣化の小さい低磁歪のFe基軟磁性合金を製造する方法を提供することである。

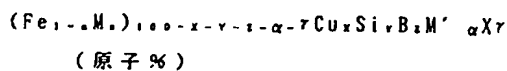
(問題点を解決するための手段)

上記目的に鑑み鋭意研究の結果、本発明者等はFe-Si-Bを基本成分とする合金にCuと、Nb、W、Ta、Zr、Hf、Ti及びMoからなる群から選ばれる少なくとも1種の元素とを複合添加し、一旦非晶質合金とした後で適当な熱処理をすることにより、組織の大半が微細結晶粒からなる軟磁気特性に優れたFe基軟磁性合金が得られることを発見し、本発明に想到した。

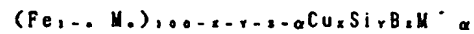
すなわち、本発明の第一のFe基軟磁性合金の

(ただし、MはCo及び/又はNiであり、M'はNb、W、Ta、Zr、Hf、Ti及びMoからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素、M''はV、Cr、Mn、Al、白金族元素、Sc、Y、希土類元素、Au、Zn、Sn、Reからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素であり、a、x、y、z、α及びβはそれぞれ $0 \leq a \leq 0.5$ 、 $0.1 \leq x \leq 3$ 、 $0 \leq y \leq 30$ 、 $0 \leq z \leq 25$ 、 $5 \leq y + z \leq 30$ 、 $0.1 \leq \alpha \leq 30$ 、及び $\beta \leq 10$ を満たす。)により表される組成を有し、組織の少なくとも50%が1000Å以下の平均粒径を有する微細な結晶粒からなり、残部が実質的に非晶質であるFe基軟磁性合金を製造する方法であって、前記組成の溶湯を急冷することにより非晶質合金とする工程と、これにその平均粒径が1000Å以下の微細な結晶粒を形成するための熱処理を施す工程とを含むことを特徴とする。

また本発明の第三のFe基軟磁性合金の製造方法は、一般式：

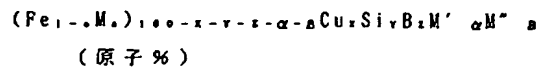


製造方法は、一般式：



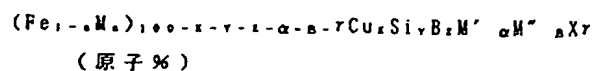
(ただし、MはCo及び/又はNiであり、M'はNb、W、Ta、Zr、Hf、Ti及びMoからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素であり、a、x、y、z及びαはそれぞれ $0 \leq a \leq 0.5$ 、 $0.1 \leq x \leq 3$ 、 $0 \leq y \leq 30$ 、 $0 \leq z \leq 25$ 、 $5 \leq y + z \leq 30$ 及び $0.1 \leq \alpha \leq 30$ を満たす。)により表される組成を有し、組織の少なくとも50%が1000Å以下の平均粒径を有する微細な結晶粒からなり、残部が実質的に非晶質であるFe基軟磁性合金を製造する方法であって、前記組成の溶湯を急冷することにより非晶質合金とする工程と、これにその平均粒径が1000Å以下の微細な結晶粒を形成するための熱処理を施す工程とを含むことを特徴とする。

また本発明の第二のFe基軟磁性合金の製造方法は、一般式：



(ただし、MはCo及び/又はNiであり、M'はNb、W、Ta、Zr、Hf、Ti及びMoからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素、XはC、Ge、P、Ga、Sb、In、Be、Asからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素であり、a、x、y、z、α及びγはそれぞれ $0 \leq a \leq 0.5$ 、 $0.1 \leq x \leq 3$ 、 $0 \leq y \leq 30$ 、 $0 \leq z \leq 25$ 、 $5 \leq y + z \leq 30$ 、 $0.1 \leq \alpha \leq 30$ 、及び $\gamma \leq 10$ を満たす。)により表される組成を有し、組織の少なくとも50%が1000Å以下の平均粒径を有する微細な結晶粒からなり、残部が実質的に非晶質であるFe基軟磁性合金を製造する方法であって、前記組成の溶湯を急冷することにより非晶質合金とする工程と、これにその平均粒径が1000Å以下の微細な結晶粒を形成するための熱処理を施す工程とを含むことを特徴とする。

さらに本発明の第四のFe基軟磁性合金の製造方法は、一般式：



(ただし、MはCo及び／又はNiであり、M'はNb, W, Ta, Zr, Hf, Ti及びMoからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素、M''はV, Cr, Mn, Al, 白金族元素, Sc, Y, 希土類元素, Au, Zn, Sn, Reからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素、XはC, Ge, P, Ga, Sb, In, Be, Asからなる群から選ばれた少なくとも1種の元素であり、 $a, x, y, z, \alpha, \beta$ 及び γ はそれぞれ $0 \leq a \leq 0.5$, $0.1 \leq x \leq 3$, $0 \leq y \leq 30$, $0 \leq z \leq 25$, $5 \leq y + z \leq 30$, $0.1 \leq \alpha \leq 30$, $\beta \leq 10$ 及び $\gamma \leq 10$ を満たす。)により与えられる組成を有し、組織の少なくとも50%が1000Å以下の平均粒径を有する微細な結晶粒からなり、残部が実質的に非晶質であるFe基軟磁性合金を製造する方法であって、前記組成の溶湯を急冷することにより非晶質合金とする工程と、これにその平均粒径が1000Å以下の微細な結晶粒を形成するための熱処理を施す工程とを含むことを特徴とする。

(実施例)

本発明の方法により製造するFe基軟磁性合金

生じる。このため部分的に結晶化しやすい領域が多数でき、そこを核とした微細な結晶粒が生成される。この結晶はFeを主成分とするものであり、FeとCuの固溶度はほとんどないため結晶化によりCuは微細結晶粒の周囲にはき出され、結晶粒周辺のCu濃度が高くなる。このため結晶粒は成長しにくく考えられる。

Cu添加により結晶核が多数できることと結晶粒が成長しにくいため結晶粒微細化が起こればと考えられるが、この作用はNb, Ta, W, Mo, Zr, Hf, Ti等の存在により特に著しくなると考えられる。

Nb, Ta, W, Mo, Zr, Hf, Ti等が存在しない場合は結晶粒はあまり微細化されず軟磁気特性も悪い。Nb, Moは特に効果が大きい、これらの元素の中でNbを添加した場合特に結晶粒が細くなりやすく、軟磁気特性も優れたものが得られる。またFeを主成分とする微細結晶相が生ずるためFe基非晶質合金に比べる磁歪が小さくなり、内部応力歪による磁気異方性が小さくなることも軟磁気特性が改善される理由と考えられる。

において、Feは0～0.5の範囲でCo及び／又はNiで置換してもよい。しかし、良好な磁気特性(低コア損失、低磁歪)を得るためには、Co及び／又はNiの含有量“a”は0～0.1の範囲が好ましい。特に低磁歪の合金とするためには、aの範囲を0～0.05の範囲にするのが好ましい。

本発明において、Cuは必須元素であり、その含有量xは0.1～3原子%の範囲である。0.1原子%より少ないとCuの添加によるコア損失低下、透磁率上昇の効果がほとんどなく、一方3原子%より多いとコア損失が未添加のものよりかえって大きくなることもあり、透磁率も劣化する。本発明において好ましいCuの含有量xは0.5～2原子%であり、この範囲ではコア損失が特に小さく透磁率が高い。

Cuのコア損失低下、透磁率上昇作用の原因は明らかではないが次のように考えられる。

CuとFeの相互作用パラメータは正であり、固溶度は低い、Fe基原子同志またはCu原子同志が寄り集まりクラスターを形成するため組成ゆらぎが

Cuを添加しない場合は結晶粒は微細化されにくく、化合物相が形成しやすいため結晶化により磁気特性は劣化する。

Si及びBは、合金組織の微細化に特に有用な元素である。本発明のFe基軟磁性合金は、好ましくは、一旦Si, Bの添加効果により非晶質合金とした後で熱処理により微細結晶粒を形成させることにより得られる。Si及びBの含有量y及びzの限定理由は、yが0～30原子%、zが0～25原子%、y+zが5～30原子%でないと、合金の飽和磁束密度の著しい減少があることである。

本発明において、yの好ましい範囲は6～25原子%であり、zの好ましい範囲は2～25原子%であり、y+zの好ましい範囲は14～30原子%の範囲である。Si含有量yの限定理由は、yが25原子%を超えると軟磁気特性の良好な条件では磁歪が大きくなってしまい好ましくなく、yが6原子%未満では十分な軟磁気特性が得られないためである。Bの含有量zの限定理由は、zが2原子%未満では均一な結晶粒組織が得にくくて軟磁気特性

が劣化し、 z が 25 原子% を超えると軟磁気特性の良好な熱処理条件では磁歪が大きくなってしまい好ましくないためである。Si と B の総和量 $y + z$ の値に関しては、 $y + z$ が 14 原子% 未満ではロール法による非晶質化が困難になる。一方、 $y + z$ が 30 原子% を超えると飽和磁束密度の著しい低下および軟磁気特性の劣化および磁歪の増加がある。より好ましい Si, B 含有量の範囲は $10 \leq y \leq 25$, $3 \leq z \leq 18$, $18 \leq y + z \leq 28$ であり、この範囲では $-5 \times 10^{-4} \sim +5 \times 10^{-4}$ の範囲の飽和磁歪で軟磁気特性の優れた合金が得られやすい。

特に好ましくは $11 \leq y \leq 24$, $3 \leq z \leq 9$, $18 \leq y + z \leq 27$ であり、この範囲では $-1.5 \times 10^{-4} \sim +1.5 \times 10^{-4}$ の範囲の飽和磁歪の合金が得られやすい。

本発明において M' は Cu との複合添加により析出する結晶粒を微細化する作用を有するものであり、Nb, W, Ta, Zr, Hf, Ti 及び Mo からなる群から選ばれた少なくとも 1 種の元素である。Nb 等は合金の結晶化温度を上昇させる作用を有するが、

クラスターを形成し結晶化温度を低下させる作用を有する Cu との相互作用により、結晶粒の成長を抑え、析出する結晶粒が微細化するものと考えられる。

M' の含有量 α は 0.1 ~ 30 原子% であり、0.1 原子% 未満だと結晶粒微細化の効果が不十分であり、30 原子% を超えると飽和磁束密度の著しい低下を招く。好ましい M' の含有量 α は 1 ~ 10 原子% である。より好ましい α の範囲は $2 \leq \alpha \leq 8$ であり、この範囲で特に優れた軟磁性が得られる。なお M' として Nb 及び Mo が好ましく、Nb が磁気特性の面で最も好ましい。また M' の添加により Co 基高透磁率材料と同等の高い透磁率を有するようになる。

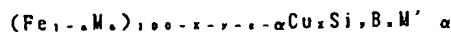
V, Cr, Mn, Al, 白金族元素, Sc, Y, 希土類元素, Au, Zn, Sn, Re からなる群から選ばれた少なくとも 1 種の元素である M'' は耐食性を改善したり、磁気特性を改善したり、磁歪を調整したりする目的のために添加することができるものであるが、その含有量はせいぜい 10 原子% 以下である。

それは含有量が 10 原子% を超えると著しい飽和磁束密度の低下を招くためであり、特に好ましい含有量は 5 原子% 以下である。

これらの中で Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pr, Au, Cr, V から選ばれる少なくとも 1 種の元素を添加した場合は特に耐食性、耐摩耗性に優れた合金となるため、磁気ヘッド材等として好適である。

本発明の合金において、C, Ge, P, Ga, Sb, In, Be, As からなる群から選ばれた少なくとも 1 種の元素 x を 10 原子% 以下含み得る。これらの元素は非晶質化に有効な元素であり、Si, B と共に添加することにより合金の非晶質化を助けると共に、磁歪やキュリー温度の調整に効果がある。

以上を整理すると、一般式：



により表される Fe 基軟磁性合金の場合、 $a, x, y,$

z, α の一般的な範囲は、

$$0 \leq a \leq 0.5$$

$$0.1 \leq x \leq 3$$

$$0 \leq y \leq 30$$

$$0 \leq z \leq 25$$

$$5 \leq y + z \leq 30$$

$$0.1 \leq \alpha \leq 30$$

であり、好ましい範囲は

$$0 \leq a \leq 0.1$$

$$0.1 \leq x \leq 3$$

$$6 \leq y \leq 25$$

$$2 \leq z \leq 25$$

$$14 \leq y + z \leq 30$$

$$1 \leq \alpha \leq 10$$

であり、より好ましい範囲は

$$0 \leq a \leq 0.1$$

$$0.5 \leq x \leq 2$$

$$10 \leq y \leq 25$$

$$3 \leq z \leq 18$$

$$18 \leq y + z \leq 28$$

$$2 \leq \alpha \leq 8$$

であり、最も好ましい範囲は

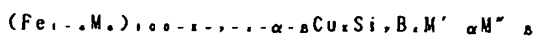
$$0 \leq a \leq 0.05$$

$$0.5 \leq x \leq 2$$

$$\begin{aligned} 11 &\leq y \leq 24 \\ 3 &\leq z \leq 9 \\ 18 &\leq y + z \leq 27 \\ 2 &\leq \alpha \leq 8 \end{aligned}$$

である。

また一般式：



により表されるFe基軟磁性合金の場合、a, x, y,

z, α , β の一般的な範囲は、

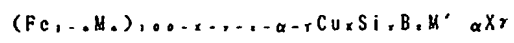
$$\begin{aligned} 0 &\leq a \leq 0.5 \\ 0.1 &\leq x \leq 3 \\ 0 &\leq y \leq 30 \\ 0 &\leq z \leq 25 \\ 5 &\leq y + z \leq 30 \\ 0.1 &\leq \alpha \leq 30 \\ \beta &\leq 10 \end{aligned}$$

であり、好ましい範囲は

$$\begin{aligned} 0 &\leq a \leq 0.1 \\ 0.1 &\leq x \leq 3 \\ 6 &\leq y \leq 25 \end{aligned}$$

である。

また一般式：



により表されるFe基軟磁性合金の場合、a, x, y,

z, α , γ の一般的な範囲は、

$$\begin{aligned} 0 &\leq a \leq 0.5 \\ 0.1 &\leq x \leq 3 \\ 0 &\leq y \leq 30 \\ 0 &\leq z \leq 25 \\ 5 &\leq y + z \leq 30 \\ 0.1 &\leq \alpha \leq 30 \\ \gamma &\leq 10 \end{aligned}$$

であり、好ましい範囲は

$$\begin{aligned} 0 &\leq a \leq 0.1 \\ 0.1 &\leq x \leq 3 \\ 6 &\leq y \leq 25 \\ 2 &\leq z \leq 25 \\ 14 &\leq y + z \leq 30 \\ 1 &\leq \alpha \leq 10 \\ \gamma &\leq 5 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 2 &\leq z \leq 25 \\ 14 &\leq y + z \leq 30 \\ 1 &\leq \alpha \leq 10 \\ \beta &\leq 5 \end{aligned}$$

であり、より好ましい範囲は

$$\begin{aligned} 0 &\leq a \leq 0.1 \\ 0.5 &\leq x \leq 2 \\ 10 &\leq y \leq 25 \\ 3 &\leq z \leq 18 \\ 18 &\leq y + z \leq 28 \\ 2 &\leq \alpha \leq 8 \\ \beta &\leq 5 \end{aligned}$$

であり、最も好ましい範囲は

$$\begin{aligned} 0 &\leq a \leq 0.05 \\ 0.5 &\leq x \leq 2 \\ 11 &\leq y \leq 24 \\ 3 &\leq z \leq 9 \\ 18 &\leq y + z \leq 27 \\ 2 &\leq \alpha \leq 8 \\ \beta &\leq 5 \end{aligned}$$

であり、より好ましい範囲は

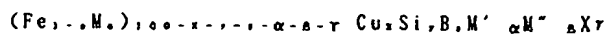
$$\begin{aligned} 0 &\leq a \leq 0.1 \\ 0.5 &\leq x \leq 2 \\ 10 &\leq y \leq 25 \\ 3 &\leq z \leq 18 \\ 18 &\leq y + z \leq 28 \\ 2 &\leq \alpha \leq 8 \\ \gamma &\leq 5 \end{aligned}$$

であり、最も好ましい範囲は

$$\begin{aligned} 0 &\leq a \leq 0.05 \\ 0.5 &\leq x \leq 2 \\ 11 &\leq y \leq 24 \\ 3 &\leq z \leq 9 \\ 18 &\leq y + z \leq 27 \\ 2 &\leq \alpha \leq 8 \\ \gamma &\leq 5 \end{aligned}$$

である。

また一般式：



により表されるFe基軟磁性合金の場合、a, x, y,

z, α, β, γ の一般的な範囲は、

$$0 \leq a \leq 0.5$$

$$0.1 \leq x \leq 3$$

$$0 \leq y \leq 30$$

$$0 \leq z \leq 25$$

$$5 \leq y + z \leq 30$$

$$0.1 \leq \alpha \leq 30$$

$$\beta \leq 10$$

$$\gamma \leq 10$$

であり、好ましい範囲は

$$0 \leq a \leq 0.1$$

$$0.1 \leq x \leq 3$$

$$6 \leq y \leq 25$$

$$2 \leq z \leq 25$$

$$14 \leq y + z \leq 30$$

$$1 \leq \alpha \leq 10$$

$$\beta \leq 5$$

$$\gamma \leq 5$$

であり、より好ましい範囲は

$$0 \leq a \leq 0.1$$

$$0.5 \leq x \leq 2$$

$$10 \leq y \leq 25$$

$$3 \leq z \leq 18$$

$$18 \leq y + z \leq 28$$

$$2 \leq \alpha \leq 8$$

$$\beta \leq 5$$

$$\gamma \leq 5$$

であり、最も好ましい範囲は

$$0 \leq a \leq 0.05$$

$$0.5 \leq x \leq 2$$

$$11 \leq y \leq 24$$

$$3 \leq z \leq 9$$

$$18 \leq y + z \leq 27$$

$$2 \leq \alpha \leq 8$$

$$\beta \leq 5$$

$$\gamma \leq 5$$

である。

上記組成を有するFe基軟磁性合金は組織の少なくとも50%以上が微細な結晶粒からなる。微細結晶粒の割合が50%未満であると、透磁率の増大

やコア損の低減等が十分でなくなる。

この結晶粒はbcc構造の α -Feを主体とするものでSiやB等が固溶していると考えられる。この結晶粒は1000Å以下と著しく小さな平均粒径を有することを特徴とし、合金組織中に均一に分布している。結晶粒の平均粒径とは各粒子の最大寸法を平均したものである。平均粒径が1000Åを超えると良好な軟磁気特性が得られなくなる。好ましい平均粒径は500Å以下であり、より好ましくは200Å以下であり、特に50~200Åである。

合金組織のうち微細結晶粒以外の部分は主に非晶質である。なお微細結晶粒の割合が実質的に100%になっても本発明のFe基軟磁性合金は十分に優れた磁気特性を示す。

なお、本発明においては、微細結晶粒の割合は線分法により求める。この線分法は一般的な方法であり、組織写真中に引かれた任意の線分(長さL)が横切る各結晶粒の長さ($l_1, l_2, l_3, \dots, l_n$)の合計($l_1 + l_2 + l_3 + \dots + l_n$)を求め、

これをして割ることにより、結晶粒の割合を求めるものである。なお、結晶粒の割合が約70%以上と多くなると、結晶粒がほぼ組織全体を占めるように見えるが、この場合でも幾分非晶質相が存在するものと考えられる。というのは、結晶粒の外周部が顕微鏡写真ではぼやけて見えるが、これは非晶質相の存在によるためであると考えられるからである。この前提に立つと、ぼやけて見える外周部の割合から、大体の非晶質相の割合がわかる。このように結晶粒の割合が多い場合、割合を正確な数値で表すことは極めて困難であり、ほとんど結晶粒からなるというように表現せざるを得ない。

なお、N, O, S等の不可避的不純物については所望の特性が劣化しない程度に含有していても本発明の合金組成と同一とみなすことができるのはもちろんである。

次に本発明のFe基軟磁性合金の製造方法について説明する。

まず上記所定の組成の溶湯から、片ロール法、双ロール法等の公知の液体急冷法によりリボン状

の非晶質合金を形成する。通常、片ロール法等により製造される非晶質合金リボンの板厚は5～100 μ m程度であるが、板厚が25 μ m以下のものが高周波において使用される磁心材料として特に適している。

この非晶質合金は結晶相を含んでいてもよいが、後の熱処理により微細な結晶粒を均一に生成するためには非晶質であるのが望ましい。液体急冷法により、熱処理を経ずに本発明の合金を得ることも可能である。

この場合、微細な結晶粒を生成するためには、(a)リボンの肉厚を比較的大きくしたり、(b)ロール速度を遅くしたり、(c)ロール材質として熱伝導率の比較的小さなものを使用したり、(d)溶湯温度を比較的高くしたり、(e)ロールを200～300℃程度に加熱する等の手段を、単独で用いるか併用することにより、Fe基合金の急冷速度を低下させればよい。

非晶質リボンは熱処理の前に巻回、打ち抜き、エッチング等をして所定の形状に加工する。とい

うのは非晶質の段階ではリボンは加工性が良いが、一旦結晶化すると加工性が著しく低下するからである。

熱処理は所定の形状に加工した非晶質合金リボンを通常真空中または水素、窒素等の不活性ガス雰囲気中において一定時間保持し行なう。熱処理温度及び時間は非晶質合金リボンからなる磁心の形状、サイズ、組成等により異なるが、一般的に450℃～700℃で5分から24時間程度が望ましい。熱処理温度が450℃未満であると結晶化が起こりにくく、熱処理に時間がかかりすぎる。また700℃より高いと粗大な結晶粒が生成するおそれがあり、微細な結晶粒を均一に得ることができなくなる。また熱処理時間については、5分未満では加工した合金全体を均一な温度とすることが困難であり磁気特性がばらつきやすく、24時間より長いと生産性が悪くなるだけでなく結晶粒の過剰な成長により磁気特性の低下が起こりやすい。好ましい熱処理条件は、実用性及び均一な温度コントロール等を考慮して、500～650

℃で5分～6時間である。

熱処理雰囲気は不活性ガス雰囲気が望ましいが、大気中等の酸化性雰囲気でも良い。冷却は空冷や炉冷等により、適宜行うことができる。また場合によっては多段の熱処理を行うこともできる。

熱処理を磁場中で行うこともできる。磁場中熱処理により本合金に磁気異方性を生じさせることができる。本合金からなる磁心の磁路方向に磁場を印加し熱処理した場合は、B-Hカーブの角形性が良いものが得られ、可飽和リアクトル用磁心、磁気スイッチ、パルス圧縮用コア、スパイク電圧防止用リアクトル等に好適となる。一方磁路と直角方向に磁場を印加し熱処理した場合は、B-Hカーブが傾斜し、低角形比で恒透磁率性に優れたものが得られ、動作範囲が広がるので、トランス、やノイズフィルター、チョークコイル等に好適となる。

磁場は熱処理の間中かける必要はなく、合金のキュリー温度 T_c より低い温度のときにあればよい。本発明の場合、結晶化しているために非晶質

の場合よりキュリー温度が上昇しており、非晶質合金のキュリー温度より高い温度でも磁場中熱処理が適用できる。磁場中熱処理の場合も熱処理を2段階以上で行うことができる。また回転磁場中で熱処理を行うこともできる。

また本発明のFe基軟磁性合金はそれ以外にスパッター法等の薄膜化技術を用いて製造することも可能であり、薄膜磁気ヘッド等を作製することができる。また回転液中防止法やガラス被覆防糸法等により細線状のものも作製できる。

またキャビテーション法やアトマイズ法あるいは単にロール法等により作製した薄帯を粉砕する等により粉末状のものも製造することが可能である。

このような粉末状の本発明合金は、圧粉成形することにより圧粉磁心やバルク体を製造することができる。

また、本合金を磁心に使用する場合、表面に熱処理や化学処理により酸化物層を形成したり、絶縁物を塗付あるいは付着させる等の方法により層

間絶縁を行えば、特に良好な特性が得られる。

本発明を以下の実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

実施例 1

原子%で Cu 1 %、Si 13.4 %、B 9.1%、Nb 3.1 %及び残部実質的にFeからなる組成の溶湯から、片ロール法により巾5 mm、厚さ18 μ mのリボンを作製した。このリボンのX線回折を測定したところ非晶質合金に典型的なハローパターンが得られた。またこのリボンの透過電子顕微鏡写真(30万倍)を第2図に示す。X線回折及び第2図から明らかなように、得られたリボンはほぼ完全な非晶質であった。

次にこの非晶質リボンから内径15 mm及び外径19 mmの巻磁心を形成し、窒素ガス雰囲気中で550℃で1時間熱処理を行った。熱処理後のリボンの透過電子顕微鏡写真(30万倍)は第1(a)図に示す通りであった。第1(b)図は第1(a)図の写真的微細結晶粒を概略的に示す図である。第1(a)図

及び第1(b)図から、熱処理後のリボンの組織の大部分が微細な結晶粒からなることがわかる。また熱処理後の合金が結晶粒を有することはX線回折によっても確認された。結晶粒の平均粒径は約100 Åであった。また比較のため、Cuを添加していないFe₈₀、Nb₃、Si_{13.4}、B_{9.1}非晶質合金を550℃で1時間熱処理した場合の透過電子顕微鏡写真(30万倍)は第1(c)図に、その結晶粒の概略図を第1(d)図にそれぞれ示す。

CuとNbを複合添加した本発明の合金の結晶粒の形は球状に近く、平均粒径約100 Å程度と著しく微細化されている。これに対して、Cuを添加せずNbだけ添加した場合は、結晶粒は粗大化しており、結晶粒の形状も球状に近いものが少ない。Cu及びNbの複合添加により、得られる結晶粒の大きさ及び形態が著しく変化することが確認された。

次に熱処理前後のリボン状Fe基軟磁性合金について、磁束密度の波高値 $B_m = 2$ kG及び周波数100 kHzにおけるコア損失 W_{100} を測定したところ、熱処理前のものは4000 mW/cc、熱処理

後のものは220 mW/ccであった。また周波数1 kHz、 $H_m = 5$ mOeにおける実効透磁率 μ_e を測定したところ、前者(熱処理前)は500、後者(熱処理後)は100200であった。これから、本発明の熱処理により非晶質合金中に微細な結晶粒を均一に形成することにより、コア損失が著しく低下するのみならず透磁率が著しく高くなることが分かる。

実施例 2

原子%で Cu 1 %、Si 15 %、B 9%、Nb3%、Cr 1%及び残部実質的にFeからなる組成の溶湯から、実施例1と同様にして、リボンを作製した。このリボンのX線回折を測定したところ、第3図(a)に示すような非晶質合金に典型的なハローパターンが得られた。またこのリボンの透過電子顕微鏡写真(30万倍)と第3(a)図のX線回折から明らかなように、得られたリボンはほぼ完全な非晶質であった。

次にこの非晶質リボンに実施例1と同様の熱処理を行った。熱処理後のリボンのX線回折パター

ンは第3図(b)に示すように結晶ピークが認められた。この熱処理後のリボンの透過電子顕微鏡写真(30万倍)から、熱処理後の組織の大部分が微細な結晶粒からなることがわかった。結晶粒の平均粒径は約100 Åであった。X線回折パターン及び透過電子顕微鏡写真による分析から、この結晶粒はSi、B等が固溶した α Feであると推定される。

次に熱処理前後のFe基軟磁性合金について、磁束密度の波高値 $B_m = 2$ kG及び周波数100 kHzにおけるコア損失 W_{100} を測定したところ、熱処理前のものは4100 mW/cc、熱処理後のものは240 mW/ccであった。

また周波数1 kHz、 $H_m = 5$ mOeにおける実効透磁率 μ_e を測定したところ、前者(熱処理前)は480、後者(熱処理後)は100100であった。

実施例 3

原子%で Cu 1 %、Si 16.5 %、B 6%、Nb 3 %、及び残部実質的にFeからなる組成の溶湯から、実施例1と同様にして、幅5 mm、厚さ18 μ mの

リボンを作製した。このリボンのX線回折を測定したところ非晶質合金に典型的なハローパターンが得られた。得られたリボンはほぼ完全な非晶質であった。

次にこの非晶質リボンから内径15mm及び外径19mmの巻磁心を形成し、窒素ガス雰囲気中550℃で1時間熱処理を行った。熱処理後のリボンのX線回折を行ったところbcc構造のFe-固溶体と思われる結晶ピークが認められた。またこのリボンの透過電子顕微鏡写真(30万倍)から、熱処理後の組織の大部分は超微細な結晶粒からなることがわかった。結晶粒の平均粒径は約100Åであった。

次に熱処理後のFe基軟磁性合金の磁束密度の波高値 $B_m = 2$ KG及び周波数100KHzにおけるコア損失 W_{100} を測定したところ、熱処理前のものは4000mW/cc、熱処理後のものは220mW/ccであった。また周波数1KHz、 $H_m = 5$ mOeにおける実効透磁率 μ_e を測定したところ、前者(熱処理前)は500、後者(熱処理後)は100200であ

った。

次にCuとNbを複合添加した本合金の飽和磁歪 λ_s を測定した。熱処理前の非晶質状態では $+20.7 \times 10^{-4}$ であった値が、550℃で1時間熱処理することにより $+1.3 \times 10^{-4}$ まで低下し、従来のFe基アモルファス合金より著しく小さい磁歪になっていることがわかる。

実施例4

原子%でCu1%、Si13.8%、B8.9%、Nb3.2%、Cr0.5%、C1%、及び残部実質的にFeからなる組成の溶湯から、単ロール法により幅10mm、厚さ18μmのリボンを作製した。このリボンのX線回折を測定したところ非晶質合金に典型的なハローパターンが得られた。またこのリボンの透過電子顕微鏡写真(30万倍)によりほぼ完全な非晶質であることを確認した。

次にこの非晶質リボンから外径19mm、内径15mmの巻磁心を形成し、窒素ガス雰囲気中で570℃で1時間熱処理を行った。透過電子顕微鏡写真(30万倍)により、熱処理後のリボンの組織

の大部分は第1(b)図に示されるものと同様に微細な結晶粒からなることがわかった。結晶粒の平均粒径は約100Åであった。Cu無添加の場合は結晶粒が粗大化することが確認されており、CuとNb等の複合添加により、著しい結晶粒微細化効果が得られた。

次に熱処理前後のFe基軟磁性合金からなる磁心について、磁束密度の波高値 $B_m = 2$ KG及び周波数100KHzにおけるコア損失 W_{100} を測定したところ、熱処理前のものは3800mW/cc、熱処理後のものは240mW/ccであった。また周波数1KHz、 $H_m = 5$ mOeにおける実効透磁率 μ_e を測定したところ、前者(熱処理前)は500、後者(熱処理後)は102000であった。

実施例5

実施例1と同一の条件により下記の第1表に示す組成のFe基軟磁性合金を作製した。得られた各合金を2つに分け、一方には実施例1と同じ条件の熱処理を施し、他方には非晶質を保持するような従来の熱処理(400℃×1時間)を施し、そ

れぞれについて100KHz、2KGにおけるコア損失 W_{100} 及び1KHz、 $H_m = 5$ mOeにおける実効透磁率 μ_e を測定した。

結果を第1表に示す。

第 1 表

No	合 金 組 成 (原子%)	本 発 明 の 熱 処 理		従 来 の 熱 処 理	
		コア損失 $W_{2/100k}$ (mW/cc)	実効透磁率 μ_e (1kHz)	コア損失 $W_{2/100k}$ (mW/cc)	実効透磁率 μ_e (1kHz)
1	$Fe_{74}Cu_{0.5}Nb_8Si_{12.5}B_8$	240	71000	1300	8000
2	$Fe_{73.5}Cu_1Nb_8Si_{12.5}B_8$	230	101000	1500	6800
3	$Fe_{71.5}Cu_1Nb_8Si_{12.5}B_8$	220	98000	1800	7500
4	$Fe_{71}Cu_{1.5}Nb_8Si_{12.5}B_8$	250	73000	1900	7300
5	$Fe_{70}Cu_2Nb_8Si_{12}B_{10}$	300	62000	1800	7000
6	$Fe_{69.5}Cu_{2.5}Nb_8Si_{12}B_{11}$	350	55000	1700	7200
7	$Fe_{73.5}Cu_1Mo_8Si_{12.5}B_8$	250	40000	1100	7800
8	$Fe_{71.5}Cu_1Mo_8Si_{12.5}B_8$	240	61000	1200	8200
9	$Fe_{71.5}Cu_1W_8Si_{12.5}B_8$	280	71000	1300	8000
10	$Fe_{70}Cu_1Ta_8Si_{12}B_8$	270	68000	1600	5800
11	$Fe_{73.5}Cu_1Zr_8Si_{12.5}B_8$	280	42000	1900	5500
12	$Fe_{73}Cu_1Hf_8Si_{12}B_8$	290	41000	1900	5600
13	$(Fe_{0.95}Co_{0.05})_{72}Cu_1Nb_8Si_{12}B_{10}$	320	45000	1800	5600
14	$(Fe_{0.9}Co_{0.1})_{72}Cu_1Nb_8Si_{12}B_{10}$	370	38000	1900	4700
15	$(Fe_{0.95}Ni_{0.05})_{72}Cu_1Nb_8Si_{12}B_{12}$	300	46000	1800	5800

実施例 6

実施例 1 と同様の条件により下記の第 2 表に示す組成の Fe 基非晶質合金を作製した。得られた各合金を 2 つに分け、一方には実施例 1 と同じ条件の熱処理を施し、他方には非晶質を保持するような従来の熱処理 ($400^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間) を施し、それぞれについて 100 kHz 、 2 kG におけるコア損失 $W_{2/100k}$ 及び 1 kHz 、 $H_m = 5\text{ m Oe}$ における実効透磁率 μ_{eff} を測定した。

結果を第 2 表に示す。

第 2 表

No	合 金 組 成 (原子%)	本 発 明 の 熱 処 理		従 来 の 熱 処 理	
		コア損失 $W_{2,100k}$ (mW/cc)	実効透磁率 $\mu_e 1K$	コア損失 $W_{2,100k}$ (mW/cc)	実効透磁率 $\mu_e 1K$
1	Fe ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Ti ₁	230	98000	1900	7800
2	Fe ₆₈ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ W ₂ V ₁	280	62000	2000	6800
3	Fe ₆₈ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Mo ₂ Mn ₁	280	58000	1800	6700
4	Fe ₆₈ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Ru ₁	250	102000	1500	7200
5	Fe ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Ta ₂ Rh ₁	290	78000	1800	6900
6	Fe ₇₂ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Zr ₂ Pd ₁	300	52000	2100	6500
7	Fe ₇₂ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Hf ₂ Ir ₁	310	53000	2000	6600
8	Fe ₇₀ Cu ₂ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Pt ₁	270	95000	1800	7800
9	Fe ₇₀ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Au ₁	250	111000	1700	7900
10	Fe ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Zn ₁	300	88000	1900	8000
11	Fe ₆₈ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Mo ₂ Sn ₁	270	97000	1800	7800
12	Fe ₆₈ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Ta ₂ Re ₁	330	99000	2500	6900
13	Fe ₇₀ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Zr ₂ Al ₁	300	88000	2300	6500
14	Fe ₇₀ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Hf ₂ Sc ₁	280	86000	2400	6200
15	Fe ₇₀ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Hf ₂ Zr ₂ Y ₁	340	48000	2000	6300
16	Fe ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ La ₁	380	29000	2500	5800
17	Fe ₆₇ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Mo ₂ Ce ₁	370	27000	2400	5700

第 2 表 (続 き)

No	合 金 組 成 (原子%)	本 発 明 の 熱 処 理		従 来 の 熱 処 理	
		コア損失 $W_{2,100k}$ (mW/cc)	実効透磁率 $\mu_e 1K$	コア損失 $W_{2,100k}$ (mW/cc)	実効透磁率 $\mu_e 1K$
18	Fe ₆₇ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ W ₂ Pr ₁	390	23000	2600	5500
19	Fe ₆₇ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Ta ₂ Nd ₁	400	21000	2600	5300
20	Fe ₆₇ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Zr ₂ Sm ₁	360	23000	2500	5200
21	Fe ₆₇ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Hf ₂ Eu ₁	370	20000	2600	5300
22	Fe ₆₈ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Gd ₁	380	21000	2400	5400
23	Fe ₆₈ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Tb ₁	350	20000	2500	5300
24	Fe ₇₂ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Dy ₁	370	21000	2600	5200
25	Fe ₇₂ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Mo ₂	360	20000	2500	5300
26	Fe ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Cr ₂ Ti ₁	250	88000	1900	7700
27	(Fe ₆₈ Co ₁₂) ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Nb ₂ Cr ₁	240	85000	1800	7800
28	(Fe ₆₈ Co ₁₂) ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Ta ₂ Ru ₁	260	80000	2200	6800
29	(Fe ₆₈ Co ₁₂) ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Ta ₂ Mn ₁	270	75000	2500	6200
30	(Fe ₆₈ Ni ₁₂) ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Ta ₂ Ru ₁	260	89000	1900	7800
31	(Fe ₆₈ Ni ₁₂) ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ Ta ₂ Cr ₂ Ru ₁	270	85000	2000	6900
32	(Fe ₆₈ Ni ₁₂) ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ W ₂ Ti ₂ Ru ₁	290	78000	2300	6500
33	(Fe ₆₈ Co ₁₂ Ni ₁₂) ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ W ₂ Cr ₂ Rh ₁	270	75000	2100	6600
34	(Fe ₆₈ Co ₁₂ Ni ₁₂) ₇₁ Cu ₁ Si ₁₁ B ₈ W ₂ Ru ₂	250	72000	1800	7500

実施例 7

実施例 4 と同一の条件により下記の第 3 表に示す組成の Fe 基非晶質合金を作製した。得られた各合金を 2 つに分け、一方には実施例 4 と同様の熱処理を施し、他方には非晶質を保持するような従来の熱処理 ($400^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間) を施し、それぞれについてコア損失 $W_{2,100k}$ 及び 1kHz 、 $H_m = 5\text{mOe}$ における実効透磁率を測定した。結果を第 3 表に示す。

本発明の熱処理により低コア損失で、高実効透磁率を磁気特性を有する合金の得られることがわかる。

第 3 表

No	合 金 組 成 (原 子 %)	本 発 明 の 熱 処 理		従 来 の 熱 処 理	
		コア損失 $W_{2,100k}$ (mW/cc)	実効透磁率 μ_e (1kHz)	コア損失 $W_{2,100k}$ (mW/cc)	実効透磁率 μ_e (1kHz)
1	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{C}_1$	240	70000	1400	7000
2	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{Ge}_1$	230	68000	1400	7100
3	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{P}_1$	250	65000	1500	6800
4	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{Ga}_1$	250	66000	1300	7200
5	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{Sb}_1$	300	59000	1700	6600
6	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{As}_1$	310	63000	1900	5900
7	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Mo}_2\text{C}_2$	320	52000	1700	6500
8	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Mo}_2\text{Cr}_1\text{C}_1$	330	48000	1900	5700
9	$(\text{Fe}_{65}\text{Co}_{35})_{70}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{Al}_1\text{C}_1$	350	38000	1800	5800
10	$(\text{Fe}_{65}\text{Ni}_{35})_{70}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{W}_2\text{V}_1\text{Ge}_1$	340	39000	1700	5900
11	$\text{Fe}_{65}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{Ru}_1\text{C}_1$	250	88000	1900	6800
12	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Ta}_2\text{Cr}_1\text{Ru}_2\text{C}_1$	290	66000	1800	6700
13	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{Be}_1$	250	66000	1900	6800
14	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{Wn}_2\text{Be}_1$	250	91000	1700	6900
15	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Zr}_2\text{Rh}_1\text{In}_1$	280	68000	1800	6800
16	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Hf}_2\text{Au}_1\text{C}_1$	290	59000	2000	5800
17	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Mo}_2\text{Sc}_1\text{Ge}_1$	280	65000	1900	6800
18	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{Y}_1\text{P}_1$	250	77000	1800	5900
19	$\text{Fe}_{75}\text{Cu}_2\text{Si}_{12}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{La}_1\text{Ga}_1$	400	61000	2100	6100

第 3 表 (続 き)

No	合 金 組 成 (原 子 %)	本 発 明 の 熱 処 理		従 来 の 熱 処 理	
		コア損失 W_{100k} (mW/cc)	実効透磁率 μ_e (1kHz)	コア損失 W_{100k} (mW/cc)	実効透磁率 μ_e (1kHz)
20	(Fe ₈₀ Ni ₂₀) ₉₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Nb ₅ Sm ₅ Sb ₁	410	58000	2200	6800
21	(Fe ₈₀ Co ₂₀) ₉₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Nb ₅ Zn ₁ As ₁	380	57000	2000	6700
22	(Fe ₈₀ Ni ₂₀ Co ₁₀) ₉₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Nb ₅ Sn ₁ In ₁	390	58000	1900	5600
23	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Mo ₅ Re ₁ C ₁	330	55000	1800	5700
24	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Mo ₅ Ce ₁ C ₁	400	56000	1900	5600
25	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ W ₅ Pr ₁ C ₁	410	52000	1800	5700
26	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ W ₅ Nd ₁ C ₁	390	50000	1900	5800
27	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Ta ₅ Gd ₁ C ₁	410	48000	2000	6000
28	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Nb ₅ Tb ₁ C ₁	420	50000	1800	5800
29	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Nb ₅ Dy ₁ Ce ₁	410	47000	1900	5600
30	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Nb ₅ Pd ₁ Ce ₁	400	46000	2000	6100
31	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Nb ₅ Ir ₁ P ₁	410	57000	2100	6200
32	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Nb ₅ Os ₁ Ga ₁	250	71000	1900	5800
33	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Ta ₅ Cr ₁ C ₁	280	61000	1800	6000
34	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Zr ₅ V ₁ C ₁	290	58000	2100	5300
35	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Mo ₅ Cr ₁ C ₁	280	57000	2200	5200
36	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Mo ₅ Ru ₁ C ₁	260	51000	1900	5600
37	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Mo ₅ Ti ₁ Ru ₁ C ₁	270	48000	2000	5700
38	Fe ₈₀ Cu ₁₀ Si ₁₀ B ₅ Nb ₅ Rh ₁ C ₁	240	72000	1800	6000

実施例 8

第 4 表に示す組成の幅 5 mm、厚さ 18 μ m の非晶質合金薄帯を単ロール法により作製し、外径 19 mm、内径 15 mm にトロイダル状に巻き、結晶化温度以上の温度で熱処理後直流磁気特性、1 kHz における実効透磁率 μ_e 、100 kHz、2 kHz におけるコア損失 W_{100k} を測定した。また飽和磁歪 λ_s も測定した。得られた結果を第 4 表に示す。

第 4 表

	No	合金組成 (原子%)	Bs (KG)	Hc (Oe)	μe_{10}	$W_{2,1000}$ (mW/cc)	λ_s ($\times 10^{-4}$)
本 発 明 例	1	$Fe_{74}Cu_{0.5}Si_{12.5}B_2Nb_2$	12.4	0.013	68000	300	+1.8
	2	$Fe_{74}Cu_{1.5}Si_{12.5}B_2Nb_2$	12.6	0.015	76000	230	+2.0
	3	$Fe_{74}Cu_{1.5}Si_{12.5}B_2Nb_2$	14.6	0.056	21000	470	+1.8
	4	$Fe_{74.5}Cu_{1.5}Si_{12.5}B_2Nb_2$	11.6	0.020	42000	350	+1.5
	5	$Fe_{77}Cu_{1.5}Si_{10}B_2Nb_2$	14.3	0.025	48000	430	+1.6
	6	$Fe_{73.5}Cu_{1.5}Si_{17.5}B_2Ta_2$	10.5	0.015	42000	380	-0.3
	7	$Fe_{71}Cu_{1.5}Si_{13.5}B_2Mo_5$	11.2	0.012	68000	280	+1.9
	8	$Fe_{74}Cu_{1.5}Si_{12.5}B_2W_2$	12.1	0.022	74000	250	+1.7
	9	$Fe_{73}Cu_{2.5}Si_{13.5}B_2Hf_2$	11.6	0.028	29000	350	+2.0
	10	$Fe_{74.5}Cu_{1.5}Si_{12.5}B_2Ta_2$	12.8	0.018	33000	480	+1.8
	11	$Fe_{73}Cu_{1.5}Si_{11.5}B_2Zr_2$	11.7	0.030	28000	380	+2.0
	12	$Fe_{71.5}Cu_{1.5}Si_{13.5}B_2Ti_2$	11.3	0.038	28000	480	+1.8
	13	$Fe_{73}Cu_{1.5}Si_{13.5}B_2Mo_2$	12.1	0.014	69000	250	+2.8
	14	$Fe_{73.5}Cu_{1.5}Si_{13.5}B_2Ta_2$	11.4	0.017	43000	330	+1.9
	15	$Fe_{71}Cu_{1.5}Si_{13.5}B_2W_2$	10.0	0.023	68000	320	+2.5
従 来 例	1	$Fe_{74}Si_2B_{12}$ 7 μ 7 μ 7 μ	15.6	0.030	5000	3300	+2.7
	2	$Co_{70.5}Fe_{4.5}Si_{15}B_{10}$ 7 μ 7 μ 7 μ	8.0	0.006	8500	350	~ 0
	3	$Fe_{84.2}Si_{10.4}Al_{5.2}$ (wt%)	11.0	0.020	10000	—	~ 0

実施例 9

$Fe_{74.5-x}Cu_xNb_2Si_{12.5}B_2$ により表わされる組成 ($0 \leq x \leq 3.5$) の非晶質合金を下記の最適熱処理温度で 1 時間熱処理し、磁束密度の波高値 $B_m = 2 \text{ kG}$ 、周波数 $f = 100 \text{ kHz}$ におけるコア損失 $W_{2,1000}$ を測定した。

X の値 (原子%)	熱処理温度 (°C)
0	500
0.05	500
0.1	520
0.5	540
1.0	550
1.5	550
2.0	540
2.5	530
3.0	500
3.2	500
3.5	490

第 4 図に Cu の含有量 X (原子%) とコア損失 $W_{2,1000}$ との関係を示す。

第 4 図から明らかなように、Cu の含有量 X が 0 から増大するにつれてコア損失が低下するが、約 3 原子%を超えるとコア損失が無添加のもの並が大きくなる。X が 0.1 ~ 3 原子%の範囲にある場合、コア損失は十分に小さいことがわかる。特に望ましい X の範囲は 0.5 ~ 2 原子%である。

実施例 10

$Fe_{72-x}Cu_xSi_{12.5}B_2Nb_2Cr_1$ により表される組成 ($0 \leq x \leq 3.5$) の非晶質合金を下記の最適熱処理温度で 1 時間熱処理し、磁束密度の波高値 $B_m = 2 \text{ kG}$ 、周波数 $f = 100 \text{ kHz}$ におけるコア損失 $W_{2,1000}$ を測定した。

x の値 (原子%)	熱処理温度 (℃)	$W_{2,1000}$ (mW/cc)
0	505	980
0.05	510	900
0.1	520	610
0.5	545	260
1.0	560	210
1.5	560	230
2.0	550	250
2.5	530	390
3.0	500	630
3.2	500	850
3.5	490	1040

以上から明らかなように、Cuの含有量xが0から増大するにつれてコア損失が低下するが、約3原子%を超えるとコア損失が無添加のもの並に大きくなる。xが0.1～3原子%の範囲にある場合、コア損失は十分に小さいことがわかる。特に望ましいxの範囲は0.5～2原子%である。

実施例11

原子%を超えるとコア損失が無添加のもの並に大きくなる。xが0.1～3原子%の範囲にある場合、コア損失は十分に小さいことがわかる。

特に望ましいxの範囲は0.5～2原子%である。

実施例12

$Fe_{1-x}Cu_xSi_{1.5}B_{0.5}M'_x$ により表される組成の非晶質合金 ($M' = Nb, W, Ta$ 又は Mo) を下記の最適熱処理温度で1時間熱処理し、それぞれのコア損失 $W_{2,1000}$ を測定した。

α の値 (原子%)	熱処理温度 (℃)
0	400
0.1	405
0.2	410
1.0	430
2.0	480
3.0	550
5.0	580
7.0	590
8.0	590

$Fe_{1-x}Cu_xSi_{1.5}B_{0.5}Nb_xCr_xC_x$ により表される組成 ($0 \leq x \leq 3.5$) の非晶質合金を下記の最適熱処理温度で1時間熱処理し、磁束密度の波高値 $B_m = 2$ kG、周波数 $f = 100$ kHz におけるコア損失 $W_{2,1000}$ を測定した。

x の値 (原子%)	熱処理温度 (℃)	$W_{2,1000}$ (mW/cc)
0	530	960
0.05	530	880
0.1	535	560
0.5	550	350
1.0	590	240
1.5	580	240
2.0	570	290
2.5	560	440
3.0	550	630
3.2	540	860
3.5	530	1000

以上から明らかなように、Cuの含有量xが0から増大するにつれてコア損失が低下するが、約3

10.0 590

11.0 590

結果を第5図に示す。第5図においてグラフA、B、C、Dはそれぞれ M' が Nb、W、Ta 及び Mo の場合を示す。

第5図から明らかな通り、 M' の量 α が0.1～10原子%範囲でコア損失が十分に小さくなっている。また M' が Nb のときに特にコア損失が低かった。特に望ましい α の範囲は $2 \leq \alpha \leq 8$ である。

実施例13

$Fe_{1-x}Cu_xSi_{1.5}B_{0.5}M'_xTi_x$ により表される組成の非晶質合金 ($M' = Nb, W, Ta$ 又は Mo) を下記の最適熱処理温度で1時間熱処理し、それぞれのコア損失 $W_{2,1000}$ を測定した。

α の値 (原子%)	熱処理温度 (℃)
0	405
0.1	410
0.2	420
1.0	440

2. 0	4 9 0
3. 0	5 6 0
5. 0	5 9 0
7. 0	6 0 0
8. 0	6 0 0
10. 0	6 0 0
11. 0	6 0 0

結果を第 6 図に示す。第 6 図においてグラフ A、B、C、D はそれぞれ M' が Nb, W, Ta, Mo の場合を示す。

第 6 図から明らかな通り M' の量 α が 0.1 ~ 10 原子 % の範囲でコア損失が十分に小さくなっている。また M' が Nb のとき特にコア損失が低かった。特に望ましい α の範囲は $2 \leq \alpha \leq 8$ である。

実施例 1 4

$\text{Fe}_{70-\alpha}\text{Cu}_1\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Nb}_\alpha\text{Ru}_1\text{Ge}_1$ により表される組成の非晶質合金を下記の最適熱処理温度で 1 時間熱処理し、それぞれのコア損失 W_{1000} を測定した。

α の値 (原子 %)	熱処理温度 (°C)
0	4 0 5

率 μ_e を測定した。透過電子顕微鏡観察の結果、50 % 以上が結晶相であった。同様に Co 基非晶質合金 ($\text{Co}_{70-\alpha}\text{Fe}_\alpha\text{Ni}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5$) 及びフェライト (Mn-Zn 系) についても実効透磁率 μ_e を測定した。結果を第 8 図に示す。同図においてグラフ A、B、C、はそれぞれ熱処理した本発明の Fe 基軟磁性合金、Co 基非晶質合金およびフェライトを示す。

第 8 図から本発明の Fe 基軟磁性合金は広い周波数範囲にわたって Co 基非晶質合金と同等以上の透磁率を有し、またフェライトと比べ著しく高い透磁率を有することがわかる。このため本発明の Fe 基軟磁性合金はチョークコイル、磁気ヘッド、シールド材、各種センサー材等に好適である。

実施例 1 6

$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_1\text{Si}_{10}\text{B}_{10}\text{Nb}_5\text{Ru}_1$ なる組成を有する非晶質合金を 550 °C で 1 時間熱処理したのについて、 $1 \sim 1 \times 10^4$ kHz の周波数における実効透磁率 μ_e を測定した。透過電子顕微鏡観察の結果、50 % 以上が結晶相であった。同様に Co 基非

0. 1	4 1 0
0. 2	4 1 5
1. 0	4 3 0
2. 0	4 8 5
3. 0	5 5 5
5. 0	5 8 5
7. 0	5 9 5
8. 0	5 9 5
10. 0	5 9 5
11. 0	5 9 5

結果を第 7 図に示す。

第 7 図から明らかな通り、Nb の量 α が 0.1 ~ 10 原子 % の範囲でコア損失が十分に小さくなっている。また電顕観察の結果、 α が 0.1 以上では平均粒径 1000 Å 以下の微細な結晶粒が観察された。特に望ましい α の範囲は $2 \leq \alpha \leq 8$ である。

実施例 1 5

$\text{Fe}_{70-\alpha}\text{Cu}_1\text{Nb}_\alpha\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$ の組成を有する非晶質合金を 550 °C で 1 時間熱処理したものについて、 $1 \sim 1 \times 10^4$ kHz の周波数における実効透磁

率 μ_e を測定した。透過電子顕微鏡観察の結果、50 % 以上が結晶相であった。同様に Co 基非晶質合金 ($\text{Co}_{70-\alpha}\text{Fe}_\alpha\text{Ni}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5$) 及びフェライト (Mn-Zn 系) についても実効透磁率 μ_e を測定した。結果を第 9 図に示す。同図においてグラフ A、B、C はそれぞれ熱処理した本発明の Fe 基軟磁性合金、Co 基非晶質合金及びフェライトを示す。

第 9 図から本発明の Fe 基軟磁性合金は広い周波数範囲にわたって Co 基非晶質合金と同等以上の透磁率を有し、またフェライトと比べ著しく高い透磁率を有することがわかる。

実施例 1 7

$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_1\text{Si}_{10}\text{B}_{10}\text{Nb}_5\text{Zr}_1\text{P}_1$ なる組成を有する非晶質合金を 560 °C で 1 時間熱処理したものについて、 $1 \sim 1 \times 10^4$ kHz の周波数における実効透磁率 μ_e を測定した。透過電子顕微鏡観察の結果、50 % 以上が結晶相であることが確認された。

同様に Co 基非晶質合金 ($\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{Ni}_{10}\text{Mo}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$)、Fe 基非晶質合金 ($\text{Fe}_{70}\text{Cr}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$) 及びフェライト (Mn-Zn 系) についても実効透磁率 μ_e を測定した。結果を第 10 図に示す。同図においてグ

ラフ A、B、C、D はそれぞれ熱処理した本発明の Fe 基軟磁性合金、Co 基非晶質合金、Fe 基非晶質合金及びフェライトを示す。

第 10 図から本発明の Fe 基軟磁性合金は広い周波数範囲にわたって Co 基非晶質合金と同等以上の透磁率を有し、また Fe 基非晶質合金やフェライトに比べ著しく高い透磁率を有することがわかる。

実施例 18

実施例 1 と同一の条件により下記の第 5 表に示す組成の非晶質合金を作製し、各合金について熱処理条件とコア損失の経時変化率との関係を求めた。熱処理条件の一方は $550^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間（本発明法）であり、他方は $400^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間（従来法）であった。電子顕微鏡観察により 550°C で 1 時間処理した本発明の Fe 基軟磁性合金は 50% 以上が微細な結晶相からなることが確認された。またコア損失の経時変化率 $(W_{100} - W_0) / W_0$ は、本発明の熱処理直後 (W_0) と 150°C で 100 時間保持した後 (W_{100}) とでそれぞれ求めた 2 kG、100 kHz におけるコア損失から

算出した。結果は第 5 表に示す。

第 5 表

No	合金組成 (原子%)	コア損失の経時変化率 ($W_{100} - W_0$) / W_0	
		本発明の熱処理	従来の熱処理
1	$\text{Fe}_{71}\text{Cu}_7\text{Nb}_2\text{Si}_{10}\text{B}_{10}$	0.0005	0.05
2	$\text{Fe}_{70.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_2\text{Si}_{11}\text{B}_{12}$	0.0003	0.04
3	$\text{Fe}_{70.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Mo}_2\text{Si}_{11}\text{B}_{10}$	0.0004	0.05
4	$\text{Co}_{55}\text{Fe}_{45}\text{Nb}_2\text{Si}_{11}\text{B}_{10}$	—	1.22
5	$\text{Co}_{55}\text{Fe}_{45}\text{Mo}_2\text{Si}_{11}\text{B}_9$	—	1.30

以上の結果から、本発明の熱処理によりコア損失の経時変化率が小さくなることがわかる。(No. 1 ~ No. 3)。または従来の低損失材である Co 基非晶質合金 (No. 4 及び No. 5) に比べ、本発明の Fe 基磁性合金は著しくコア損失の経時変化が小さくなっていることがわかる。したがって本発明材を用いることにより信頼性の高い磁性部品を作製することができる。

実施例 19

実施例 1 と同一の条件により下記の第 6 表に示す組成の非晶質合金を作製し、各合金について熱処理条件とキュリー温度 (T_c) との関係を求めた。熱処理条件の一方は $550^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間（本発明法）であり、他方は $350^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間（従来法）であった。本発明の場合は大部分をしめる主相（微細結晶粒）のキュリー温度を示す。X 線回折測定の結果 $350^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間の熱処理を行ったものは非晶質特有のハローパターンを示し、ほぼ完全な非晶質であることが確認された。一方 $550^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間の熱処理を行ったものは結晶ピーク

が認められ、ハローパターンはほとんど認められず、ほぼ結晶質相からなることが確認された。また各熱処理におけるキュリー温度(T_c)について測定結果を第6表に示す。

第 6 表

No	合金組成 (原子%)	キュリー温度(°C)	
		本発明の熱処理	従来の熱処理
1	$Fe_{71.5}Cu_xNb_2Si_{12.5}B_4$	567	340
2	$Fe_{71}Cu_{1.5}Nb_2Si_{12.5}B_4$	560	290
3	$Fe_{71.5}Cu_xMo_2Si_{12.5}B_4$	560	288
4	$Fe_{71}Cu_xTa_2Si_{12.5}B_{10}$	565	334
5	$Fe_{71.5}Cu_xW_2Si_{12.5}B_4$	561	310

以上の結果から、本発明の熱処理によりキュリー温度(T_c)が著しく上昇することがわかる。このため磁気特性の温度変化は非晶質合金より小さい。このように大きな非晶質合金とのキュリー温度の差は、本発明の熱処理を施した合金が微結晶化しているためである。

実施例 20

$Fe_{71.5-x}Cu_xNb_2Si_{12.5}B_4$ の組成を有する非晶質合金のリボン(幅5mm、厚さ18 μ m)から巻磁心(内径15mm、外径19mm)を形成し、種々の温度で1時間熱処理した。それぞれについて2kG、100kHzにおけるコア損失 $W_2/1000$ を測定した。結果を第11図に示す。

また各巻磁心に用いた非晶質合金の結晶化温度(T_x)を示差走査熱量計(DSC)で測定した。各合金の結晶化温度 T_x は10°C/分の昇温速度でそれぞれ583°C($x=0$)及び507°C($x=0.5$ 、1.0、1.5)であった。

第11図から明らかなように、Cuは含有量(x)が0のときコア損失 $W_2/1000$ は著しく大き

く、Cuの含有量が約1.5原子%まで増加するにつれて、コア損失が小さくなるばかりでなく、適切な熱処理温度範囲も540~580°CとCu無添加材に比べ高くなっていることがわかる。この温度は10°C/分の昇温速度でDSCで測定した結晶化温度 T_x より高い。なお透過電子顕微鏡による観察の結果、Cuを含有する本発明のFe基軟磁性合金の場合、50%以上が微細な結晶粒からなることが確認された。

実施例 21

$Fe_{71.5-x}Cu_xSi_{12.5}B_4Nb_2Cr_1C_1$ の組成を有する非晶質合金のリボン(幅5mm、厚さ18 μ m)から、外径19mm、内径15mmの巻磁心を形成し、種々の温度で1時間熱処理した。それぞれについて2kG、100kHzにおけるコア損失 $W_2/1000$ を測定した。結果を第12図に示す。

また各巻磁心に用いた非晶質合金の結晶化温度(T_x)を示差走査熱量計(DSC)で測定した。各合金の結晶化温度 T_x は10°C/分の昇温速度でそれぞれ580°C($x=0$)及び505°C(x

= 0.5、1.0、1.5)であった。

第12図から明らかなように、Cuは含有量(x)が0のときコア損失 $W_2/100k$ は著しく大きく、Cuを添加した場合コア損失は小さくなるばかりでなく、適切な熱処理温度範囲も540℃～580℃とCu無添加材に比べ高くなっていることがわかる。この温度は10℃/分の昇温速度でDSCで測定した結晶化温度 T_x より高い。

なお透過電子顕微鏡による観察の結果、Cuが含有する本発明のFe基軟磁性合金の場合、50%以上が微細な結晶粒からなることが確認された。

実施例22

$Fe_{1.5-x}Cu_xMo_2Si_{1.5}B_2$ の組成を有する非晶質合金のリボンに第13図に示す熱処理温度で1時間熱処理を施し、1kHzにおける実効透磁率を測定した。結果を第13図に示す。

第13図から明らかなように、Cu未添加のもの(x=0)は本発明と同一の熱処理条件によって実効透磁率 μ_e が低下するが、Cu添加のもの(本発明)は著しく高くなることがわかる。この

(x=0)は本発明と同一の熱処理条件によって実効透磁率 μ_e が低下するが、Cu添加のもの(本発明)は著しく高くなることがわかる。

実施例25

$Fe_{1.5-x-\alpha}Cu_xNb_\alpha Si_{1.5}B_2$ の組成を有する非晶質合金を実施例1と同一の条件で作製し、種々のx、 α 値における結晶化温度を10℃/分の昇温速度で測定した。結果を第16図に示す。

第16図から明らかなように、Cuは結晶化温度を低下させる作用を有し、Nbは結晶化温度を上昇させる作用を有する。このように逆の傾向を示す元素の複合添加により析出する結晶粒の微細化が達成されるものと考えられる。

実施例26

$Fe_{1.5-x}Cu_xSi_{1.5}B_2Nb_2Ru_\alpha$ の組成を有する非晶質合金のリボンを磁気ヘッドコア用の形状に打ち抜き、次いで580℃で1時間の熱処理を施し、1部は透過電子顕微鏡により組織観察を行い、残りの試料はラミネートし磁気ヘッドを作製した。熱処理した試料は微細結晶粒組織からなり、ほぼ結

理由は、Cu未添加のもの(x=0)の場合結晶化した際結晶粒が大きく、かつ化合物相が主に現れるが、Cu添加のもの(本発明)はSiやB等を固溶した微細な α Fe結晶粒が主に生ずるためであると考えられる。

実施例23

$Fe_{1.5-x}Cu_xSi_{1.5}B_2Nb_2Mo_{0.5}V_{0.5}$ の組成を有する非晶質合金のリボンに1時間熱処理を施し、1kHzにおける実効透磁率 μ_e を測定した。結果を第14図に示す。

第14図から明らかなように、Cu未添加のもの(x=0)は本発明と同一の熱処理条件によって実効透磁率 μ_e が低下するが、Cu添加のもの(本発明)は著しく高くなることがわかる。

実施例24

$Fe_{1.5-x}Cu_xSi_{1.5}B_2Mo_2V_1Al_1$ の組成を有する非晶質合金のリボンに、実施例21と同一の条件で熱処理を施し、1kHzにおける実効透磁率 μ_e を測定した。結果を第15図に示す。

第15図から明らかなように、Cu未添加のもの

晶化していた。

次に作製した磁気ヘッドをオートリバースのカセットデッキに取り付け、温度20℃、湿度90%の条件で摩耗試験を行った。テープは25時間毎に上下を逆にし、100時間後の摩耗量を測定した。得られた結果を第17図に示す。

第17図から明らかなように、Ru添加により著しく耐摩耗性が改善されることがわかり、磁気ヘッド材として優れていることがわかる。

実施例27

単ロール法により板厚25 μ m及び幅15mmの $Fe_{1.5-x-\alpha}Cu_xNb_\alpha Si_{1.5}B_2$ ($\alpha=3, 5$)非晶質合金を作製した。次にこの非晶質合金を500℃以上の温度で1時間熱処理した。電子顕微鏡による観察の結果、500℃以上で熱処理を行ったものは50%以上結晶化していることがわかった。

また熱処理した合金のビッカース硬さを荷重100g下で測定した。第18図にビッカース硬さの熱処理温度依存性を示す。これにより、本発明合金は非晶質状態の合金よりビッカース硬さが大

きくなっていることがわかる。

実施例 2.8

第 7 表に示す組成の非晶質合金リボンを作製し、熱処理を行い、実施例 2.6 と同様に磁気ヘッドを作製後摩耗試験を行った。第 7 表に 100 時間後の摩耗量及び塩水噴霧試験による耐食性を示す。

第 7 表

	No	合 金 組 成 (原子%)	摩 耗 量 (μm)	耐 食 性 *
本 発 明 合 金 例	1	$(\text{Fe}_{60.0}\text{Co}_{40.0})_{70}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Nb}_5\text{Cr}_5$	2.2	◎
	2	$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Nb}_5\text{Ru}_5$	0.7	◎
	3	$\text{Fe}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Ta}_5\text{Ti}_5$	2.1	○
	4	$(\text{Fe}_{60.0}\text{Ni}_{40.0})_{70}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Zr}_5\text{Rh}_5$	0.8	◎
	5	$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Hf}_5\text{Pd}_5$	0.7	◎
	6	$\text{Fe}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Mo}_5\text{Os}_5$	0.9	◎
	7	$\text{Fe}_{60.0}\text{Cu}_{10.0}\text{Si}_{10.0}\text{B}_{10.0}\text{W}_5\text{Ir}_5$	0.9	◎
	8	$\text{Fe}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Nb}_5\text{Pt}_5$	1.0	◎
	9	$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Nb}_5\text{Au}_5$	1.0	◎
	10	$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Nb}_5\text{V}_5$	2.3	○
	11	$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Nb}_5\text{Cr}_5\text{Ru}_5$	0.5	◎
	12	$\text{Fe}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}\text{Nb}_5\text{Cr}_5\text{Ti}_5\text{Ru}_5$	0.5	◎
	13	$\text{Fe}_{60}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Nb}_5\text{Ti}_5\text{Ru}_5\text{Rh}_5$	0.4	◎
	14	$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_5\text{Nb}_5\text{Ru}_5\text{Rh}_5$	0.4	◎
	15	$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_{10}\text{Nb}_5\text{Si}_{10.5}\text{B}_5$	3.9	△
従来例	16	$(\text{Co}_{60.0}\text{Fe}_{40.0})_{70}\text{Si}_{10}\text{B}_{10}\text{Ti}_{10}\text{Zr}_{10}$	10.0	○

(注) * : ◎非常に良い ○良好 △並

第7表からわかるように、Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt, Au, Cr, Ti, V等を添加した本発明合金の耐摩耗性及び耐食性は無添加のものより優れており、また従来のCo基アモルファス合金等より著しく優れていることがわかる。また飽和磁束密度が1T以上あるものも得られるため、磁気ヘッド材料に適している。

実施例29

双ロール法により第8表に示す組成の幅10mm及び板厚30 μ mの非晶質合金リボンを作製した。

次に各非晶質合金のリボンから打ち抜きプレスにより磁気ヘッド用コアを作製し、550℃で1時間の熱処理を行った後磁気ヘッドを作製した。熱処理後のリボンは透過電子顕微鏡による組織観察の結果、50%以上が500 \AA 以下の微細な結晶粒からなることが確認された。

熱処理したリボンの1部について100gの荷重下でビッカース硬さを測定し、更に塩水噴霧により耐食性を検討した。結果を第8表に示す。

次に磁気ヘッドをカセットデッキに取り付け、

温度20℃、湿度90%で摩耗試験を行った。100時間後の摩耗量を第8表に示す。

第 8 表

	No	合 金 組 成 (原子%)	ビッカース硬さ H _v	耐食性	摩耗量 (μ m)
本 発 明 例	1	Fe _{80.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃ Cr ₃ C ₂	1350	良	0.9
	2	Fe _{81.5} Cu _{1.5} Si ₁₂ B ₅ Nb ₃ Ru ₂ C ₁	1380	良	0.4
	3	Fe _{87.5} Cu _{1.5} Si ₁₂ B ₅ Nb ₃ Rh ₂ Ge ₁	1400	良	0.5
	4	(Fe _{80.5} Ni _{10.5}) _{87.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Mo ₃ Ti ₁ Cr ₂ P ₁	1340	良	0.8
	5	(Fe _{80.5} Co _{10.5}) _{87.5} Cu ₁ Si ₁₂ B ₁₀ Ta ₃ Cr ₁ Ru ₂ C ₁	1320	良	0.3
	6	Fe ₈₄ Cu ₁ Si ₁₅ B ₅ Nb ₃ Cr ₁ Pd ₃ Be ₁	1370	良	0.3
	7	Fe ₈₅ Cu ₁ Si ₁₆ B ₅ Nb ₃ Cr ₁ Ru ₂ C ₁	1350	良	0.4
	8	Fe ₈₇ Cu ₁ Si ₁₅ B ₅ Nb ₃ Ti ₁ Ru ₂ C ₁	1360	良	0.4
従 来 例	1	バ ー マ ロ イ	100	良	10.8
	2	Co ₇₀ Fe ₂ Mn ₃ Si ₁₄ B ₉ アモルファス	900	並	9.8
	3	Fe ₇₁ Nb ₁ Si ₁₂ B ₉ アモルファス	900	悪	16.5

本発明合金はビッカース硬さが高く、耐食性に優れ、耐摩耗性にも優れているため、磁気ヘッド材等に好適である。

実施例 3 0

$\text{Fe}_{70.5-0.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_0\text{Si}_{10.5}\text{B}_2$ の組成を有する非晶質合金を種々の温度で1時間熱処理し、得られた熱処理合金の磁歪 λ_s を測定した。結果を第9表に示す。

第 9 表

Nb	Nbの含有量 α (原子%)	各熱処理温度における磁歪 ($\times 10^{-4}$)						
		(1) なし	480	500	520	550	570	600 650
1	3	20.7	18.6	2.6	8.0	3.8	2.2	(2) —
2	5	13.3	(2) —	9.0	7.0	4.0	(2) —	0.6 3.4

注：(1) 熱処理せず
(2) 測定せず

第9表から明らかなように、本発明の熱処理により磁歪は非晶質の場合と比べ著しく低下する。このため磁歪による磁気特性の劣化は従来のFe基非晶質合金より小さい。従って、本発明のFe基軟磁性合金は磁気ヘッド材等としても有用である。

実施例 3 1

$\text{Fe}_{70}\text{Cu}_1\text{Si}_{10}\text{B}_2\text{Nb}_0\text{Ru}_{0.5}\text{Co}_{0.5}$ の組成を有する非晶質合金を種々の温度で1時間熱処理し、得られた熱処理合金の飽和磁歪定数 λ_s を測定した。結果を第10表に示す。

第 1 0 表

熱処理温度 ($^{\circ}\text{C}$)	なし	500	550	570	580
λ_s ($\times 10^{-4}$)	+20.1	+2.5	+3.5	+2.1	+1.8

第10表から明らかなように、本発明の熱処理により磁歪は非晶質の場合と比べ著しく低下する。従って、本発明のFe基軟磁性合金は磁気ヘッド材等としても有用である。また巻磁心で含浸やコー

ティングを行ってもFe基非晶質巻磁心に比べて磁気特性の劣化が小さい。

実施例 3 2

第11表に示す組成の幅5mm、厚さ18 μm の非晶質合金薄帯を単ロール法により作製し、外径19mm、内径15mmにトロイダル状に巻き、結晶化温度以上で熱処理後直流磁気特性、1kHzにおける実効透磁率 μ_{eff} 、100kHz、2kGにおけるコア損失 $W_{200\text{kHz}}$ および飽和磁歪 λ_s を測定した。得られた結果を第11表に示す。

第 11 表

	No	合 金 組 成 (原子%)	Bs (KG)	Hc (Oe)	μe_{10}	$W_{2,1000}$ (mW/cc)	λ_s ($\times 10^{-4}$)
本 発 明 例	1	(Fe _{0.85} Ni _{0.05}) _{72.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	12.3	0.018	32000	280	+4.6
	2	(Fe _{0.85} Ni _{0.07}) _{72.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	12.1	0.023	18000	480	+4.8
	3	(Fe _{0.85} Ni _{0.095}) _{72.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	11.8	0.020	16000	540	+5.0
	4	(Fe _{0.85} Co _{0.05}) _{72.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	12.6	0.011	82000	280	+4.0
	5	(Fe _{0.85} Co _{0.05}) _{72.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	13.0	0.015	54000	400	+4.2
	6	(Fe _{0.85} Co _{0.07}) _{72.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	13.2	0.020	27000	500	+4.8
	7	Fe _{71.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	10.7	0.012	85000	230	+2.8
	8	Fe _{71.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	10.2	0.010	80000	280	+2.0
	9	Fe _{71.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	9.2	0.065	8000	820	+1.6
	10	Fe _{70.5} Cu ₁ Si _{20.5} B ₅ Nb ₃	10.8	0.027	23000	530	~0
	11	Fe _{72.5} Cu ₁ Si _{12.5} B ₅ Nb ₃	13.3	0.011	84000	250	+1.5

実施例 3 3

Fe_{72.5}Cu₁Nb₃Si_{12.5}B₅、非晶質合金に500 ~ 570 °Cで1時間熱処理を施し、実施例1に示した第1(a)図とほぼ同等の組織を有する合金を得た。この合金の飽和磁歪 λ_s および飽和磁束密度Bsを第19図に示す。

Si量yが増加するに伴って磁歪は正から負に変化し、yが17原子%付近で磁歪がほぼ零になることがわかる。

BsはSi量yが増大するに伴って単調に減少していくが、その値は磁歪零の組成も12kG程度であり、Fe-Si-Al合金等と比べ1kG程度高い。このため本発明合金は磁気ヘッド材等としても優れた特性を有することがわかる。

実施例 3 4

第20図に(F_{0.85}Cu₁Nb₃)-Si-B擬三元系合金の飽和磁歪 λ_s 、第21図に保磁力Hc、第22図に1kHzにおける実効透磁率 μe_{10} 、第23図に飽和磁束密度Bs、第24図に100kHz、2kGにおけるコア損失 $W_{2,1000}$ を示す。第20図におい

て、線Dで囲まれた本発明の組成範囲において、 λ_s が 10×10^{-4} 以下の低磁歪の合金が得られることがわかる。線Eで囲まれた範囲内で軟磁性特性が良好で磁歪の小さい合金が得られる。線Fで囲まれた組成範囲で、磁気特性良好で特に磁歪が小さい合金が得られる。

Si、B含有量がそれぞれ $10 \leq y \leq 25$ 、 $3 \leq z \leq 12$ であり、SiとBの総和： $y+z$ が $18 \sim 28$ の範囲にある場合、 $|\lambda_s| \leq 5 \times 10^{-4}$ の低磁歪でかつ軟磁気特性に優れたものを得ることができることがわかる。

特に $11 \leq y \leq 24$ 、 $3 \leq z \leq 9$ 、 $18 \leq y+z \leq 27$ の範囲の合金の場合、 $|\lambda_s| \leq 1.5 \times 10^{-4}$ と特に低磁歪の合金を得ることができることがわかる。本発明合金は磁歪がほぼ零のものが存在し、飽和磁束密度も10kG以上のものが得られる。しかも透磁率やコア損失はCo基アモルファス合金に匹敵する特性が得られるため、各種トランス、チョークコイル、可飽和リアクトル、磁気ヘッド等に最適である。

実施例 3 5

厚さ 1.8 μm の $\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_4$ 非晶質合金からなる外径 1.9 mm、内径 1.5 mm、高さ 5 mm のトロイダル巻磁心を異なる温度で 1 時間処理し（昇温速度 10 K/分）、空冷後磁気特性を測定した。その後エポキシ樹脂で含浸し、再度磁気特性を測定した。得られた結果を第 25 図に示す。また、 λ_s の熱処理温度依存性も示す。

結晶化温度（Tx）より高い温度で熱処理を行い、超微細結晶粒組織とすることにより、磁歪が著しく減少しほぼ 0 になることがわかった。これに伴って含浸による磁気特性の劣化は小さくなった。これに対して結晶化温度よりかなり低い温度、たとえば 470 °C で熱処理した非晶質相が大部分をしめる合金では含浸前の特性もあまり良くないが、特に含浸を行った後のコア損失及び保磁力 H_c の増加や、1 kHz における実効透磁率 $\mu_{e,1}$ の低下が著しいことがわかる。これは飽和磁歪 λ_s が大きいためであり、非晶質状態では含浸後十分な軟磁性が得られないことがわかる。

第 12 表

	No.	組 成 (at%)	$\mu_{e,1}$	B_s (KG)
本 発 明 例	1	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_4$	2700	10.7
	2	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{4.5}$	2700	10.5
	3	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{Nb}_{0.5}$	2800	10.3
	4	$\text{Fe}_{74.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{Nb}_{0.5}$	2400	12.7
	5	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{Nb}_{0.5}$	2500	11.4
	6	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{Mo}_{0.5}$	2400	10.1
	7	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{Nb}_{0.5}$	2300	11.4
	8	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{W}_{0.5}$	2200	10.0
	9	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{Nb}_{0.5}$	2900	11.9
	10	$\text{Fe}_{70.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{Nb}_{0.5}$	2200	11.2
	11	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{Nb}_{0.5}$	1800	14.5
	12	$\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{3.5}\text{Nb}_{0.5}$	2000	14.3
従 来 例	1	$\text{Fe}_{74.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_4$ 非晶質	50	12.8
	2	$\text{Co}_{87.5}\text{Nb}_{1.5}\text{Zr}_{1.0}$ 非晶質	2500	12.0
	3	$\text{Fe}_{74.5}\text{Si}_{11.5}\text{Al}_{1.5}$ 合金	1500	10.3

本発明の微細結晶粒からなる合金では λ_s が小さいので、磁気特性の劣化が小さく、含浸を行っても λ_s がほぼゼロの Co 基アモルファスに匹敵する特性を示している。しかも、10 Oe における磁束密度 B_{10} が 1.2 KG 程度と高飽和磁束密度であるため、磁気ヘッド、トランス、チョークコイル、可飽和リアクトル等に適する。

実施例 3 6

マグネトロンスパッタ装置によりホトセラム基板上に第 12 表に示す組成の厚さ 3 μm の非晶質合金膜を作製した。次にこの膜を N_2 ガス雰囲気中で 5000 Oe の回転磁界中において結晶化温度より高い温度で熱処理を行い、超微細結晶粒からなる本発明の合金膜を作製し、1 MHz における実効透磁率 $\mu_{e,1}$ 及び飽和磁束密度 B_s を測定した。得られた結果を第 12 表に示す。

実施例 3 7

単ロール法により板厚 1.8 μm 及び幅 5 mm の $\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_4$ 非晶質合金を作製し、外径 1.9 mm および内径 1.5 mm に巻回し、巻磁心を作製した。次にこの巻磁心を Ar ガス雰囲気中で 550 °C に 1 時間保持し、しかる後空冷した。このようにして熱処理した巻磁心の 100 KHz におけるコア損失を測定し、その B_m 依存性を調べた。第 26 図にコア損失の B_m 依存性を示す。比較のため Co 基非晶質合金の巻磁心（ $\text{Co}_{87.5}\text{Fe}_{1.5}\text{Mo}_{1.5}\text{Si}_{11.5}\text{B}_{10}$ ）、Fe 基非晶質合金の巻磁心（ $\text{Fe}_{77}\text{Cr}_1\text{Si}_8\text{B}_{13}$ ）、Mn-Zn フェライトについても、コア損失の B_m 依存性を示す。

第 26 図から、本発明合金からなる巻磁心は従来の Fe 基非晶質合金や Co 基非晶質合金、フェライト等より低いコア損失を示すことがわかる。従って、本発明の合金は高周波トランス、チョークコイル等に最適である。

実施例 3 8

単ロール法により厚さ 1.5 μm、幅 5 mm の $\text{Fe}_{70.5}$

$\text{Cu}_{1.4}\text{B}_2\text{Nb}_2\text{Cr}$ 非晶質合金を作製し、外径19mm、内径15mmに巻回し、磁路と直角方向に3000 Oeの磁場をかけながら5℃/分の昇温速度で昇温し、620℃に1時間保持後5℃/分の速度で室温まで冷却する熱処理を行い、コア損失を測定した。透過電子顕微鏡観察の結果、本合金は微細な結晶粒組織からなることが確認された。直流B-Hカーブは角形比が8%で恒透磁率性に優れていた。

比較のためFe基アモルファス合金($\text{Fe}_{71}\text{Cr}_{10}\text{Si}_{19}\text{B}_{10}$)、Co基アモルファス合金($\text{Co}_{67}\text{Fe}_{10}\text{Mo}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_{3}$)、Mn-Zn フェライトのコア損失も測定した。

第27図にコア損失の周波数依存性を示す。Aは本発明合金、BはFe基アモルファス合金、CはCo基アモルファス合金、DはMn-Zn フェライトである。第27図から明らかなように、本発明のFe基軟磁性合金は従来のCo基アモルファス合金並の低損失合金であり、Fe基アモルファス合金よりはるかに低いコア損失を有する。

の組成の合金から作製した巻磁心(熱処理条件: 530℃1時間保持後空冷)の直流B-Hカーブを示し、第28(c)図は $\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{10}\text{Nb}_2\text{Si}_{13.5}\text{B}_4$ の組成の合金から作製した巻磁心(熱処理条件: 550℃1時間保持後、10 Oeの磁場を磁路方向に印加しながら5℃/分の冷却速度で280℃まで冷却し、1時間保持後空冷)の直流B-Hカーブを示し、第28(d)図は $\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{10}\text{Nb}_2\text{Si}_{13.5}\text{B}_4$ の組成の合金から作製した巻磁心(熱処理条件: 610℃1時間保持後、10 Oeの磁場を磁路方向に印加しながら10℃/分の冷却速度で250℃まで冷却し、2時間保持後炉冷)の直流B-Hカーブを示す。

各グラフにおいて横軸の目盛はHm(磁場の最大値)=10 Oeの場合を示す。従って、Hm=10 Oeの場合には10が1となり、Hm=0.1 Oeの場合には10が0.1となる。各グラフ中のB-Hカーブはいずれも横軸の目盛が異なる以外は同一である。

各グラフに示すFe基軟磁性合金の飽和磁束密

実施例39

単ロール法により幅5mm及び板厚15μmの非晶質合金リボンを作製した。非晶質合金の組成は以下の通りであった。



次に各非晶質合金のリボンを内径15mm及び外径19mmに巻き、巻磁心を作製した。得られた巻磁心を窒素雰囲気中で下記の条件で熱処理し、本発明の合金を作製した。各合金とも微結晶化しており、50%以上が微結晶粒子からなることが電子顕微鏡観察により確認された。

次に各合金について直流B-Hカーブを求めた。第28(a)図乃至第28(d)図に各巻磁心の直流B-Hカーブを示す。第28(a)図は $\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{10}\text{Nb}_2\text{Si}_{13.5}\text{B}_4$ の組成の合金から作製した巻磁心(熱処理条件: 550℃1時間保持後空冷)の直流B-Hカーブを示し、第28(b)図は $\text{Fe}_{71.5}\text{Cu}_{10}\text{Mo}_2\text{Si}_{13.5}\text{B}_4$

度 B_{10} 、保磁力Hc、及び角形比 B_r/B_{10} は以下の通りである。

	$B_{10}(\text{KG})$	$H_c(\text{Oe})$	$B_r/B_{10}(\%)$
第28(a)図	12.0	0.0088	61
第28(b)図	12.3	0.011	65
第28(c)図	12.4	0.0043	93
第28(d)図	11.4	0.0067	90

磁場を印加せずに熱処理した(a)および(b)の場合は角形比は中程度(60%程度)であるが、磁路方向に磁場を印加し熱処理した(c)及び(d)の場合は角形比は高くなっている(90%以上)。保磁力は0.01 Oe以下のものも得られ、Co基非晶質合金とほぼ同等である。

磁場を印加せずに熱処理した場合、実効透磁率 μ_e は1kHzで数万~10万となり、各種インダクターやセンサー、トランス等に適している。一方磁路方向に磁場を印加しながら熱処理した場合には高角形比の特性が得られ、コア損失も100kHz、2KGで800mW/cc以下とCo基非晶質合金並となる。このため可飽和リアクト

ル等に適するものとなる。

また本発明の合金の飽和磁束密度は第28図の各図からわかるように10KGを超えるものも得られ、従来のパーマロイやセングスト及び一般的なCo基非晶質合金より高く、動作磁束密度を大きくすることができる。このため、磁気ヘッド、トランス、可飽和リアクトル、チョーク等の磁性材料としてより有利なものである。

また磁路方向に磁場をかけ熱処理した場合には最大透磁率 μ_m が140万を超えるものも得られ、センサーに用いることもできる。

実施例40

単ロール法により、板厚20 μm 及び幅10mmの $Fe_{71.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_1$ 非晶質合金リボン及び $Fe_{71.5}Nb_3Si_{13.5}B_1$ 非晶質合金リボンを作製し、熱処理前と後のX線回折を測定した。

第29図にX線回折パターンを示す。(a)は熱処理前の $Fe_{71.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_1$ 合金のリボン、(b)は550℃で1時間熱処理を行った $Fe_{71.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_1$ 合金のリボン、(c)は550℃で1時間熱処理

を行った $Fe_{71.5}Nb_3Si_{13.5}B_1$ 合金リボンのX線回折パターンである。

(a)は非晶質合金特有のハローパターンを示し、ほぼ完全な非晶質状態にあることがわかる。本発明合金(b)は結晶のピークが現われておりほぼ結晶化していることがわかる。ただし微結晶のためピークの幅は広がっている。一方Cuを添加しない非晶質合金を550℃で熱処理した(c)の場合は結晶化しているが、Cuを添加した場合と著しく異なるパターンを示しており、化合物が析出していると推定される。Cu添加により磁気特性が著しく改善されるのは、Cu添加により結晶化過程が変わり化合物が析出しにくくなることと、結晶粒が粗大化しにくく微結晶化するためであると推定される。

実施例41

単ロール法により幅5mm及び板厚15 μm の $Fe_{71.5}Cu_1Si_{13.5}B_1Nb_3Cr_{0.5}Co_{0.5}$ 非晶質合金リボンを作製した。

次に各非晶質合金のリボンを外径19mm、内径

15mmに巻き、巻磁心を作製した。得られた巻磁心を窒素雰囲気中で下記の3種の条件で熱処理し、本発明の合金を作製した。電子顕微鏡による観察の結果微結晶粒組織からなることが確認された。

次に熱処理した巻磁心の直流B-Hカーブを測定した。

第30図(a)乃至第30図(c)に各熱処理を行った巻磁心の直流B-Hカーブを示す。

第30(a)図は窒素ガス雰囲気中で15℃/分の昇温速度で室温より昇温し、550℃に1時間保持後600℃/分の冷却速度で室温まで冷却する熱処理を行った巻磁心の直流B-Hカーブを示し、第30(b)図は10Oeの直流磁場と磁心の磁路方向に印加しながら窒素ガス雰囲気中10℃/分の昇温速度で室温より昇温し、550℃に1時間保持後3℃/分の冷却速度で200℃まで冷却し、更に室温まで600℃/分の冷却速度で冷却する熱処理を行った巻磁心の直流B-Hカーブを示し、第30(c)図は3000Oeの直流磁場を磁心の磁路と直角方向に印加しながら窒素ガス雰囲気中で2

0℃/分の昇温速度で室温より昇温し、550℃に1時間保持後3.8℃/分の冷却速度で400℃まで冷却し、更に室温まで600℃/分の冷却速度で冷却する熱処理を行った巻磁心の直流B-Hカーブを示す。

また第31図に上記巻磁心のコア損失の周波数依存性を示す。Aは第30(a)図に対応する巻磁心を示し、Bは第30(b)図に対応する巻磁心を示し、Cは第30(c)図に対応する巻磁心を示す。また比較のため従来の高角形比の $Co_{71.5}Fe_{13.5}Mn_{3.5}Cr_{0.5}Si_{13.5}B_1$ アモルファス巻磁心D、低角形比の $Co_{71.5}Fe_{13.5}Mn_{3.5}Cr_{0.5}Si_{13.5}B_1$ アモルファス巻磁心Eのコア損失の周波数依存性をも示す。なお巻磁心D、巻磁心Eの角形比はそれぞれ98%、8%であった。

本発明合金からなる巻磁心は第30図からわかるように磁場中の熱処理により高角形比の直流B-Hカーブや低角形比恒透磁率の直流B-Hカーブを得ることができる。

第31図からわかるように本発明合金のコア損失はCo基のアモルファス巻磁心と同等以上の低

損失特性を示し、飽和磁束密度も高い。高角形比の巻磁心はスイッチング電源等に用いられる可飽和リアクトルやスパイク電圧を阻止する用途、磁気スイッチ等に適し、中低角形比特に低角形比の巻磁心は高周波トランスやチョークコイル、ノイズフィルター等に最適である。

実施例 4 2

単ロール法により板厚 $20\ \mu\text{m}$ 及び幅 10mm の $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13}\text{B}_3$ 非晶質合金リボンを作製し、 500°C で 1 時間熱処理を行い、 $H_{\text{ex}} = 800\text{KA/m}$ 、昇温速度 10K/分 で VSM により磁化の温度変化を測定した。比較のために熱処理を行っていない場合についても磁化の温度変化を測定した。第 3 2 図にその結果を示す。縦軸は室温における磁化との比 $\sigma/\sigma_{\text{rt}}$ をとった。本発明の熱処理を行った合金は熱処理前のほぼ完全なアモルファス合金より磁化 σ の温度変化が小さい。これは大部分を占める主相のキュリー温度 T_c がアモルファス状態よりも高くなっており、飽和磁化の温度依存性が小さいためであると考えられる。

第 1 3 表

熱処理条件	B_{10} (T)	B_r/B_{10} (%)	$W_{50}/1000$ (mW/cc)
(a)	1.24	60	320
(b)	1.24	90	790
(c)	1.24	82	610
(d)	1.24	87	820
(e)	1.24	83	680
(f)	1.24	83	680

(a) のパターンは急冷する際だけ磁場をかけた場合であるが、この場合は角形比はあまり上昇しない。しかしその他の場合はすべて 80% 以上の角形比を示し、磁路方向に磁場を印加する磁場中熱処理により高角形比化できることがわかる。 $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13}\text{B}_3$ 非晶質合金のキュリー温度は約 340°C であるが、(f) の場合からわかるように非晶質合金のキュリー温度より高い温度でだけ磁場を印加し磁場中熱処理を行っても高角形化できる。この理由は結晶化した本発明合金の主相のキュリー温度が熱処理温度より高いためであると考えら

また主相のキュリー温度は純粋な $\alpha\text{-Fe}$ のキュリー温度より低いので、主相は $\alpha\text{-Fe}$ に Si 等が固溶したものではないかと推定される。また熱処理温度が高くなるとキュリー温度が高くなる傾向があり、主相の組成は熱処理により変化していると思われる。

実施例 4 3

単ロール法により板厚 $18\ \mu\text{m}$ 及び幅 4.5mm の $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13}\text{B}_3$ 非晶質合金リボンを作製し、外径 13mm 、内径 10mm に巻き、巻磁心を作製した。

次に第 3 3 図に示す各種の熱処理パターンにより磁場中処理を行った（磁路方向に磁場印加）。

得られた磁気特性を第 1 3 表に示す。

れる。

なお磁路と直角方向に磁場をかけ同様のパターンで熱処理を行うと、角形比が 30% 以下と低角形比の Fe 基軟磁性合金を得ることができる。

実施例 4 4

実施例 1 と同じ組成の Fe 基合金 ($\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13}\text{B}_3$) について、非晶質化した後で種々の熱処理条件下で微細結晶粒の割合の異なる試料 (No. 1~5) を作成し、結晶粒の割合と実効透磁率 (μ_{eff}) との関係を求めた。結果を第 3 4 図に示す。また、試料 No. 1~5 の透過電子顕微鏡写真 (30 万倍) を第 3 5 図 (a)~(e) に示す。なお、線分法により求めた微細結晶粒の割合は以下の通りである。

試料 No. 1	0 %
試料 No. 2	12 %
試料 No. 3	47 %
試料 No. 4	約 80 %
試料 No. 5	約 100 %

以上の結果から明らかなように、微細結晶粒の

割合が50%以上になると、実効透磁率が著しく向上する。

(発明の結果)

以上に詳述したように、Fe基軟磁性合金は微細結晶粒が全体の50%以上を占めることにより、コア損失が著しく低く、Co基非晶質合金と同程度であるとともに、コア損失の経時変化も小さい。また透磁率及び飽和磁束密度が高く、耐摩耗性にも優れている。さらに高周波磁気特性に優れ、含浸や変形等による歪に帰因する特性劣化が小さく、低磁歪のものである。

このようなFe基軟磁性合金は一旦非晶質化した後で本発明の熱処理を施すことにより、簡単に製造することができる。

このようにして得られたFe基軟磁性合金は高周波トランス、チョークコイル、可飽和リアクトルだけでなく磁気ヘッド等にも最適な材料であり、著しい特性改善が達成できる。

4. 図面の簡単な説明

第1(a)図は実施例1のFe基軟磁性合金(熱処

理後)の金属組織を表わす透過電子顕微鏡写真(30万倍)であり、

第1(b)図は第1(a)図の写真的概略図であり、

第1(c)図はCuを含有しないFe基軟磁性合金($Fe_{70}, Nb_{10}, Si_{10}, B_2$) (熱処理後)の金属組織を表わす透過電子顕微鏡写真(30万倍)であり、

第1(d)図は第1(c)図の写真的概略図であり、

第2図は実施例1のFe基軟磁性合金(熱処理前)の金属組織を表わす透過電子顕微鏡写真(30万倍)であり、

第3(a)図は実施例1の熱処理前のFe基非晶質合金リボンのX線回折パターン、第3(b)図は本発明に係る熱処理後のFe基軟磁性合金リボンのX線回折パターンであり、

第4図は実施例9のFe基軟磁性合金についてCu含有量(X)とコア損失 W_{500kHz} との関係を示すグラフであり、

第5図は実施例12のFe基軟磁性合金についてM'含有量(α)とコア損失 W_{500kHz} との関係を示すグラフであり、

第6図は実施例13のFe基軟磁性合金について、M'含有量(α)とコア損失 W_{500kHz} との関係を示すグラフであり、

第7図は実施例14のFe基軟磁性合金についてNb含有量(α)とコア損失 W_{500kHz} との関係を示すグラフであり、

第8図は実施例15のFe基軟磁性合金、Co基非晶質合金及びフェライトについて周波数と実効透磁率との関係を示すグラフであり、

第9図は実施例16のFe基軟磁性合金、Co基非晶質合金及びフェライトについて周波数と実効透磁率との関係を示すグラフであり、

第10図は実施例17のFe基軟磁性合金、Co基非晶質合金、Fe基非晶質合金およびフェライトについて周波数fと実効透磁率 μ_e との関係を示すグラフであり、

第11図は実施例20のFe基軟磁性合金について熱処理温度とコア損失との関係を示すグラフであり、

第12図は実施例21のFe基軟磁性合金につ

いて熱処理温度とコア損失との関係を示すグラフであり、

第13図は実施例22のFe基軟磁性合金について熱処理温度と実効透磁率との関係を示すグラフであり、

第14図は実施例23のFe基軟磁性合金の1kHzにおける実効透磁率 μ_{11} の熱処理温度依存性を示すグラフであり、

第15図は実施例24のFe基軟磁性合金について熱処理温度と実効透磁率 μ_{11} の関係を示すグラフであり、

第16図は実施例25のFe基軟磁性合金についてCuの含有量(X)及びNbの含有量(α)と結晶化温度との関係を示すグラフであり、

第17図は実施例26のFe基軟磁性合金の100時間後の摩耗量を示す図であり、

第18図は実施例27のFe基軟磁性合金のビッカース硬さの熱処理温度依存性を示す図であり、

第19図は実施例33の $Fe_{70}, Cu_{10}, Nb_{10}, Si_{10}, B_{10}$ 合金の飽和磁歪(λ_s)、および飽和磁束密度

(Bs)の γ 値依存性を示す図であり、

第20図、第21図、第22図、第23図及び第24図はそれぞれ(Fe-Cu₁-Nb₂)-Si-B擬三元系合金の飽和磁歪(λ_s)、保磁力(Hc)、1kHzにおける実効透磁率(μ_{eff})、飽和磁束密度(Bs)、100 KHz、2 KGにおけるコア損失($W_{100,2}$)を示す図であり、

第25図は実施例35の合金の磁気特性の熱処理依存性を示す図であり、

第26図は実施例37のコア損失のBm依存性を示す図であり、

第27図は実施例38の本発明Fe基軟磁性合金、従来のFe基アモルファス合金、Co基アモルファス合金及びフェライトのコア損失の周波数依存性を示す図であり、

第28(a)図乃至第28(d)図はそれぞれ実施例39に示す本発明合金の直流B-Hカーブを示す図であり、

第29図は実施例40のFe基合金のX線回折パターンを示す図であり、

第30(a)~(c)図はは実施例41の本発明に係るFe基軟磁性合金の直流B-Hカーブを示す図であり、

第31図は実施例41の本発明に係るFe基軟磁性合金、従来のCo基非晶質合金のコア損失の周波数依存性を示す図であり、

第32図は実施例42のFe基合金の磁化の温度変化を示す図であり、

第33図は実施例43の本発明のFe基合金の磁場中熱処理のパターンの例を示す図であり、

第34図は微細結晶粒の割合と実効透磁率との関係を表すグラフであり、

第35図(a)は実施例44の試料No.1の透過電子顕微鏡写真(30万倍)であり、

第35図(b)は実施例44の試料No.2の透過電子顕微鏡写真(30万倍)であり、

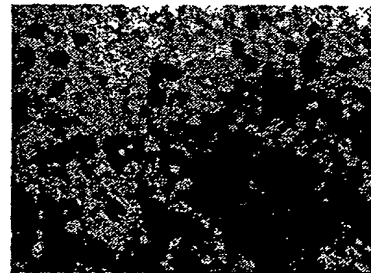
第35図(c)は実施例44の試料No.3の透過電子顕微鏡写真(30万倍)であり、

第35図(d)は実施例44の試料No.4の透過電子顕微鏡写真(30万倍)であり、

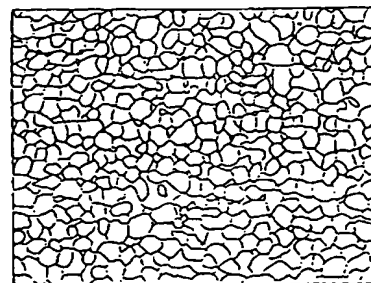
第35図(e)は実施例44の試料No.5の透過電子顕微鏡写真(30万倍)である。

出 願 人 日 立 金 属 株 式 会 社
代 理 人 弁 理 士 高 石 橋 馬

第1(a)図

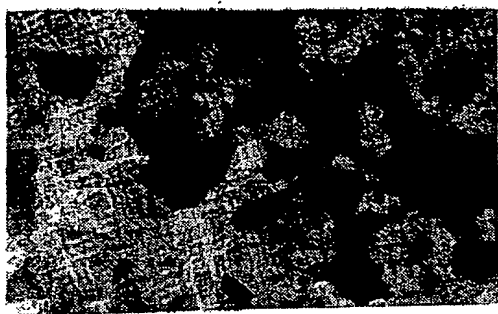


第1(b)図

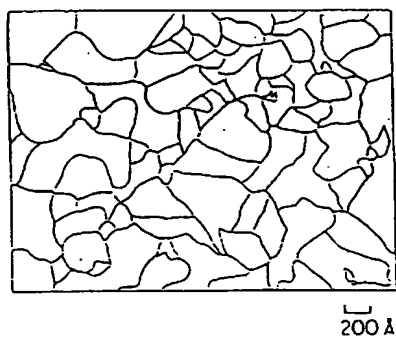


200Å

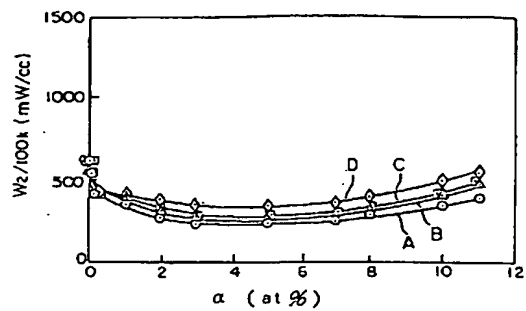
第 1 (c) 図



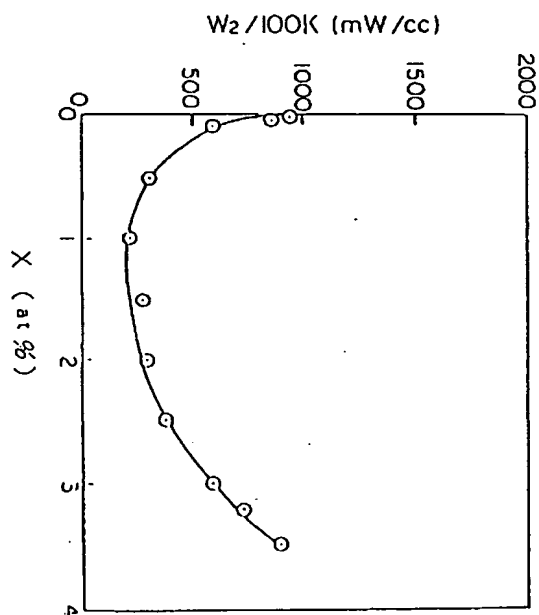
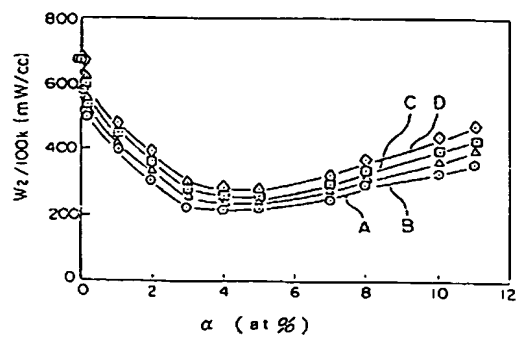
第 1 (d) 図



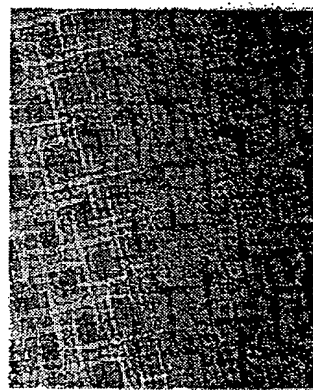
第 5 図



第 6 図



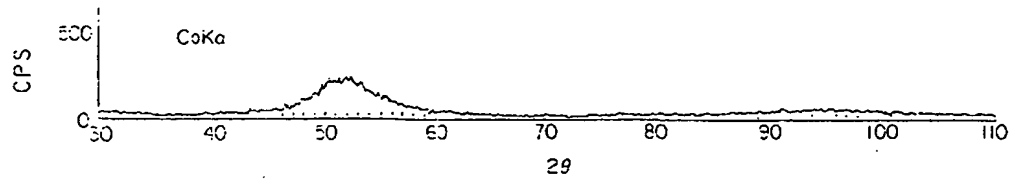
第 4 図



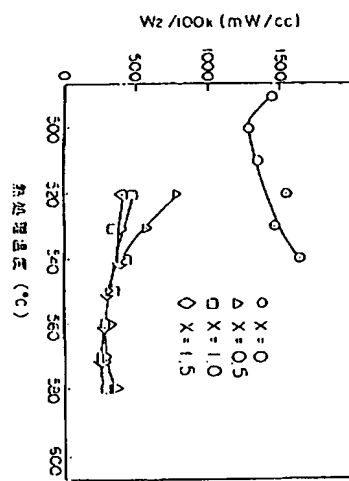
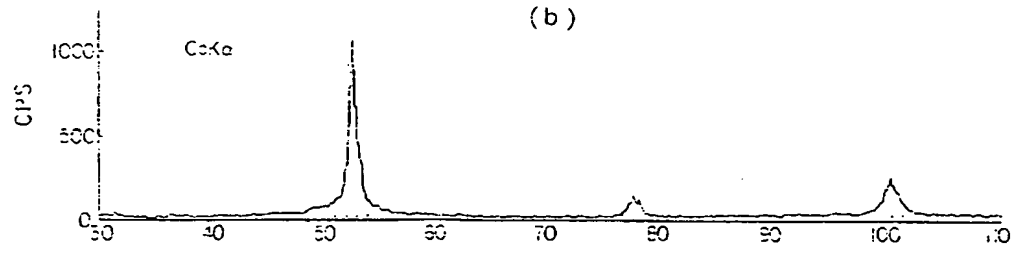
第 2 図

第 3 図

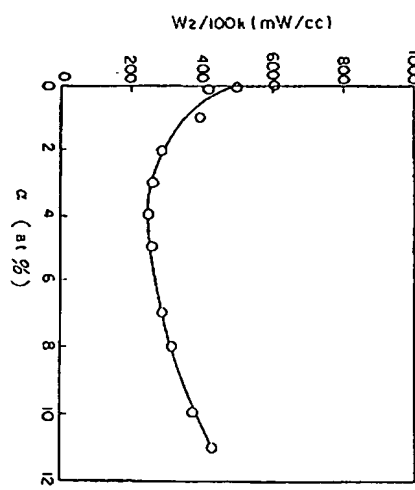
(a)



(b)

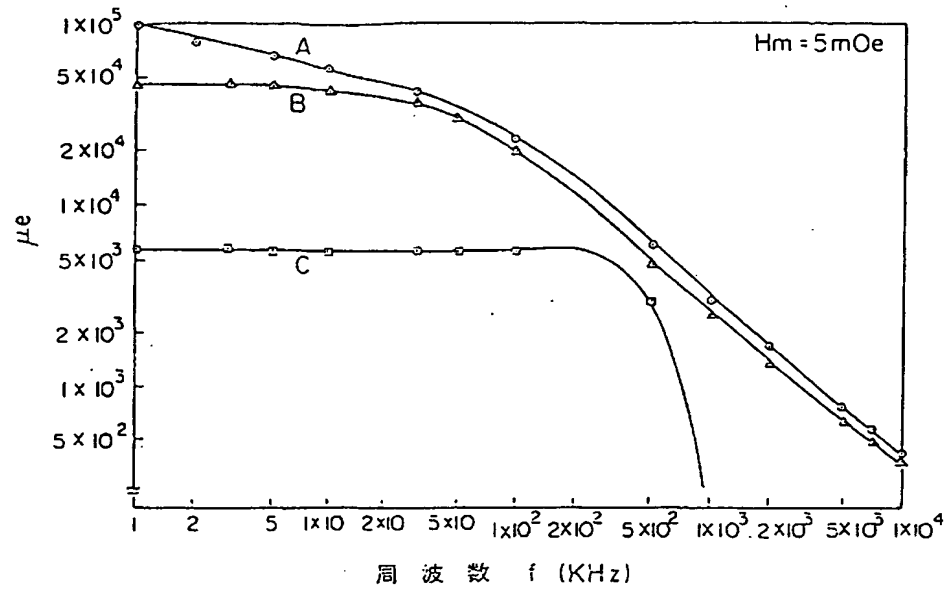


第 11 図

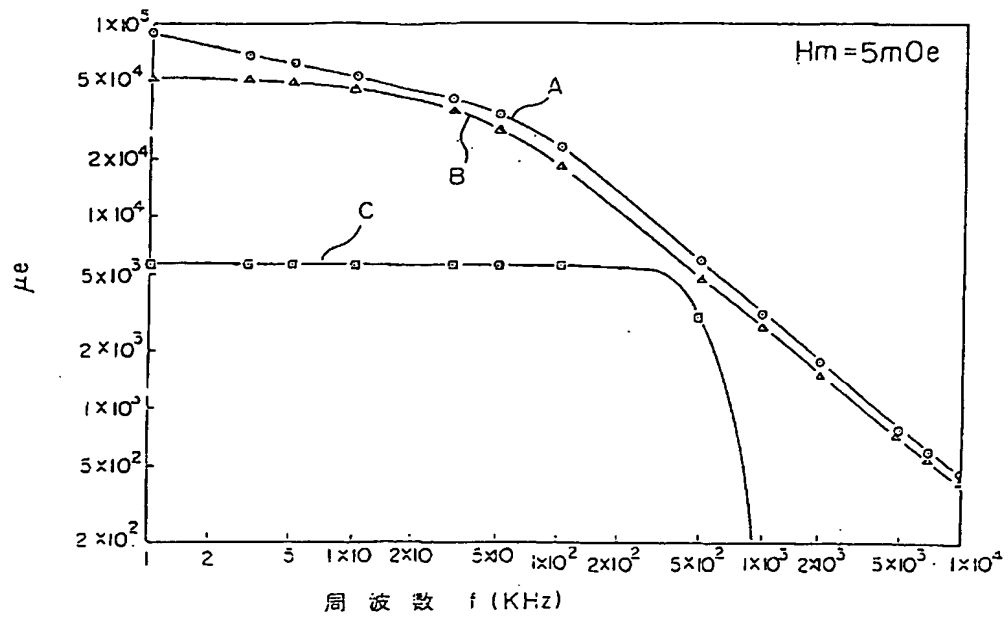


第 7 図

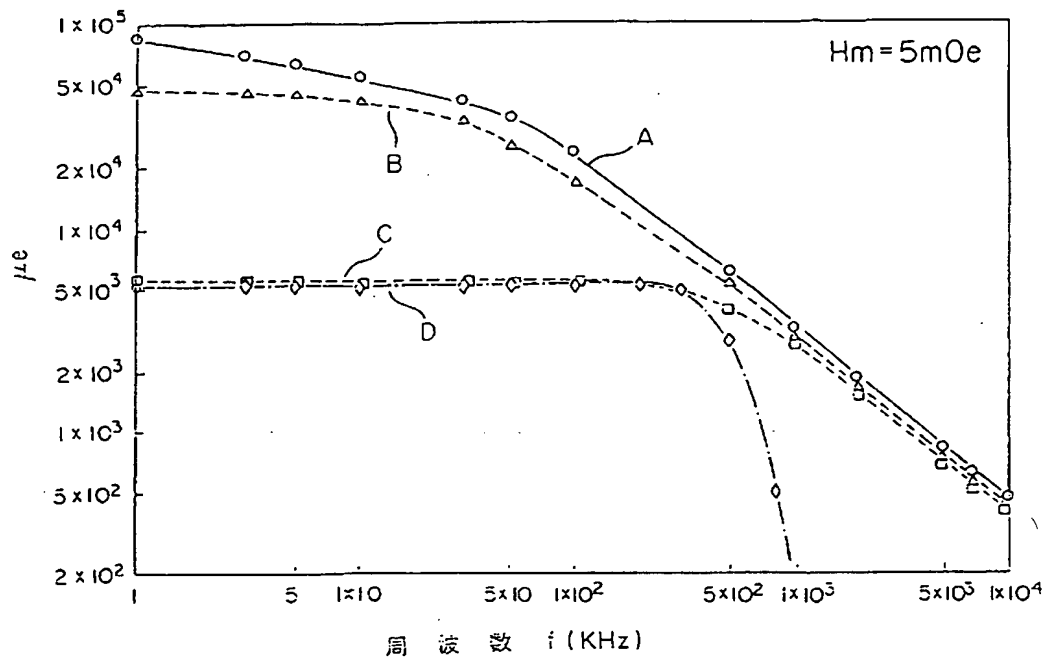
第 8 図



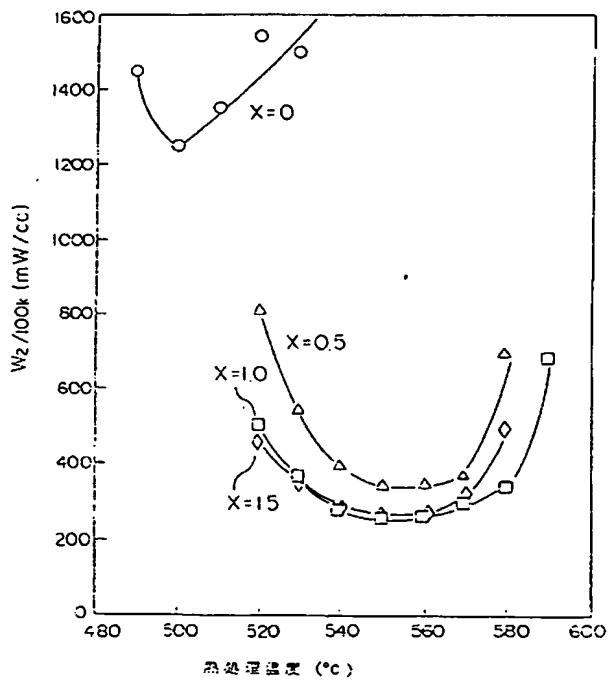
第 9 図



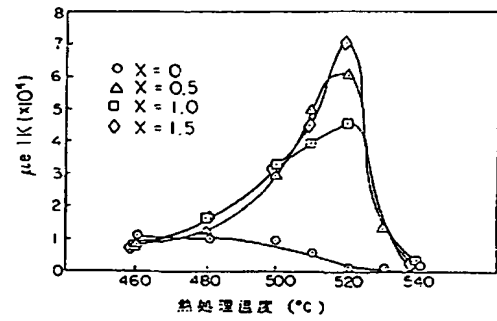
第 10 図



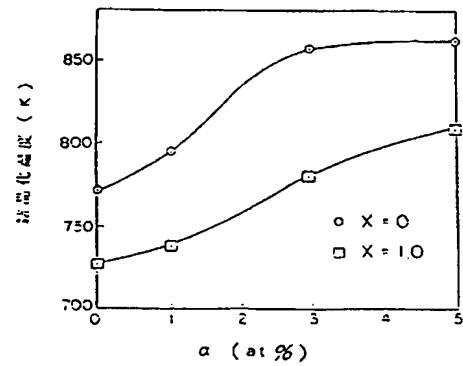
第 12 図



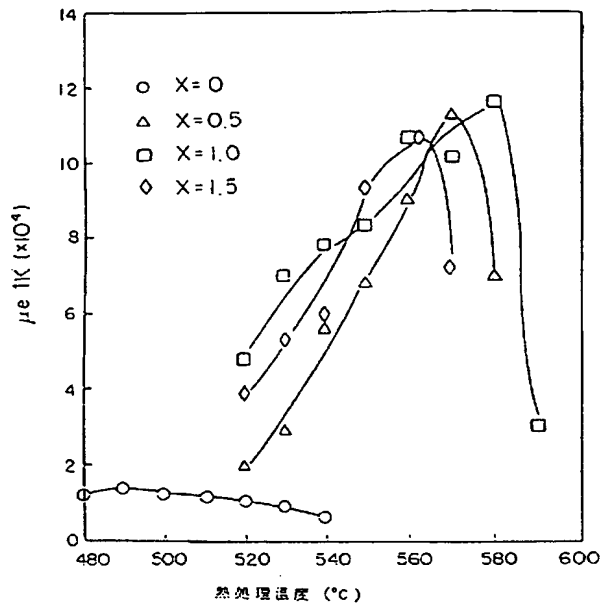
第 13 図



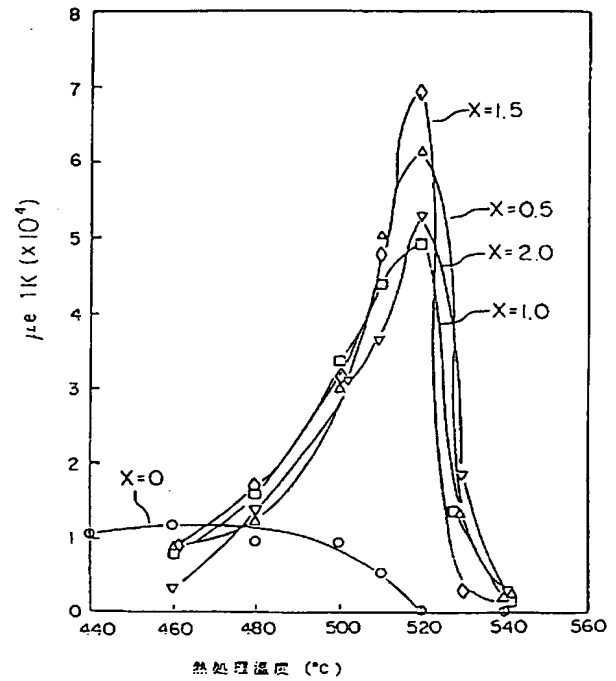
第 16 図



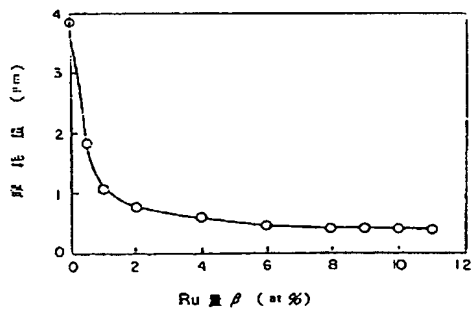
第 14 図



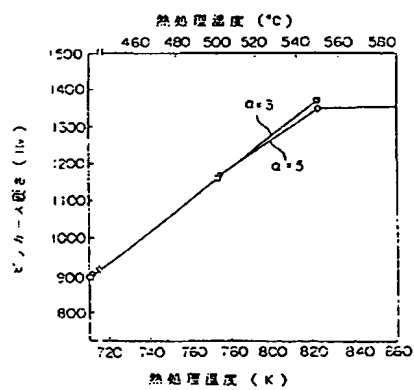
第 15 図



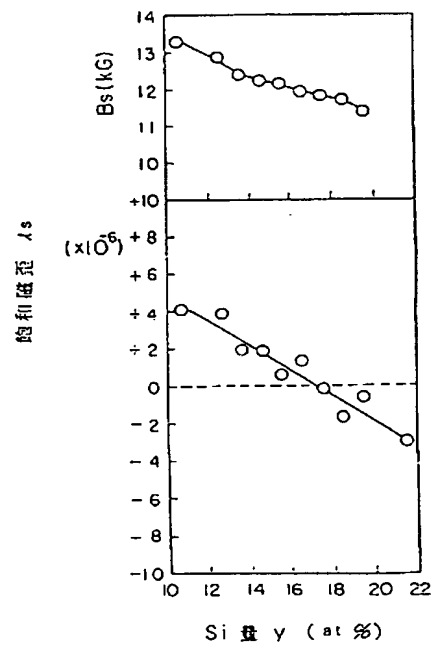
第 17 図



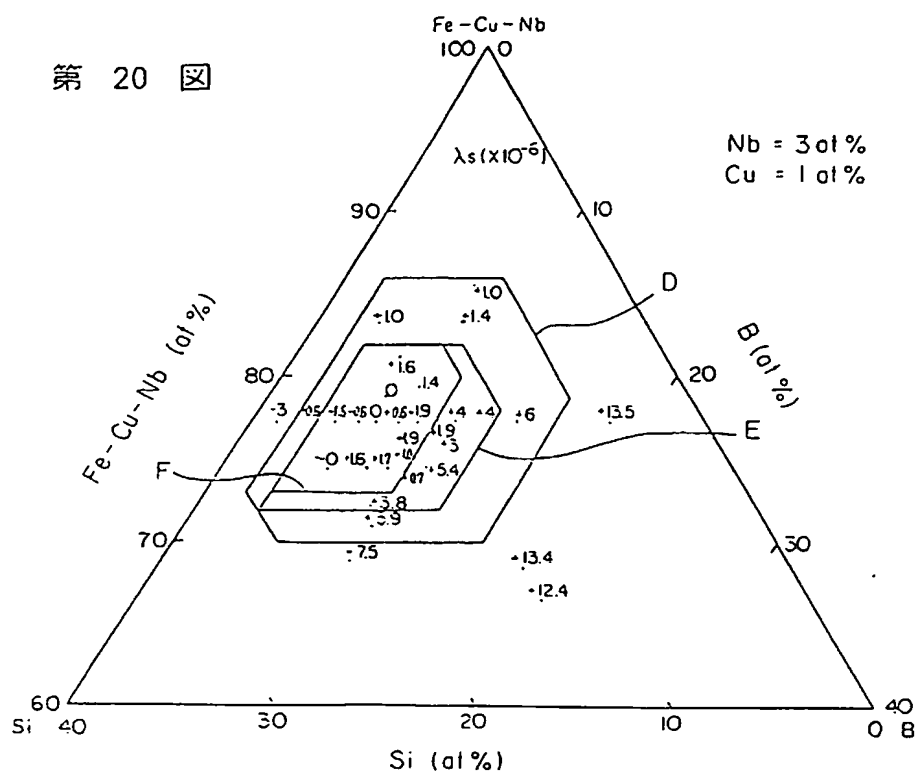
第 18 図



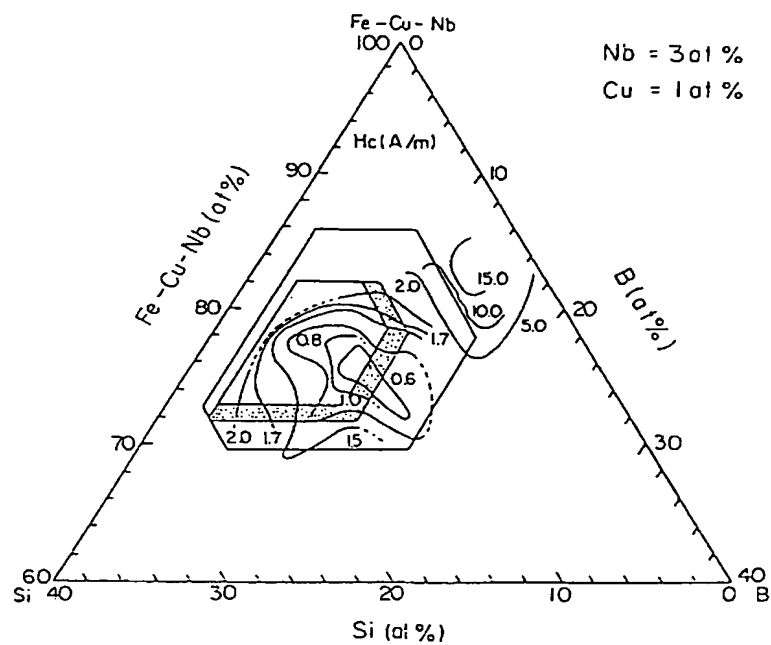
第 19 図



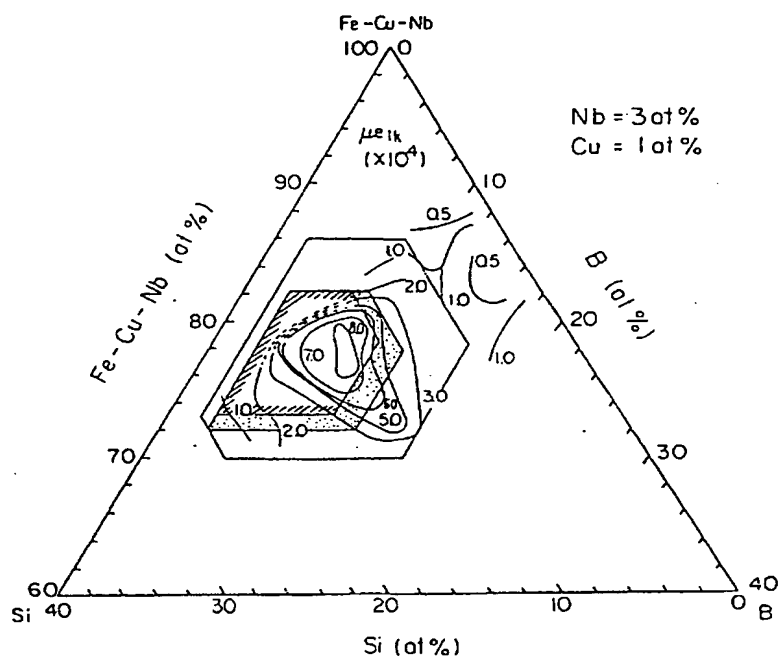
第 20 図



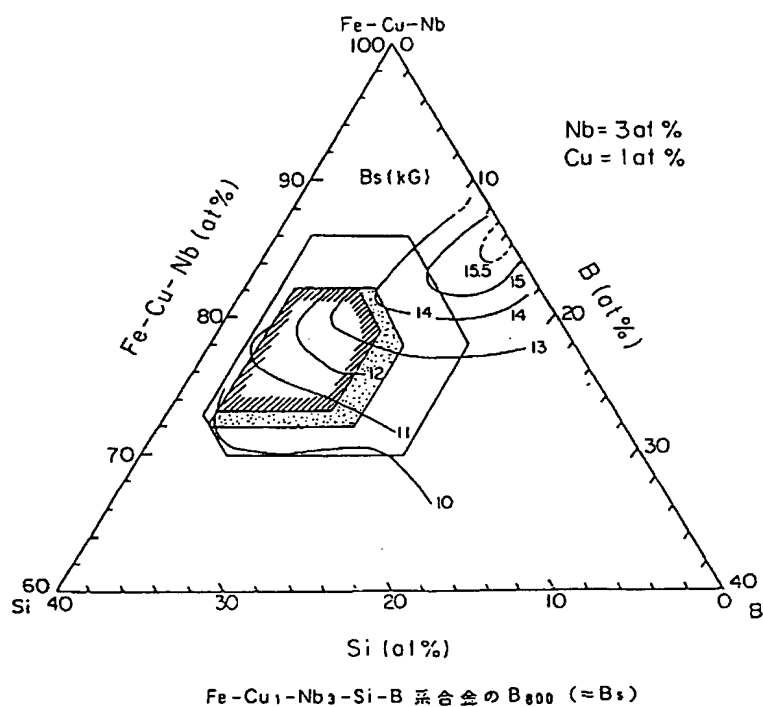
第 21 図

Fe-Cu₁-Nb₃-Si-B 系合金の保磁力 H_c

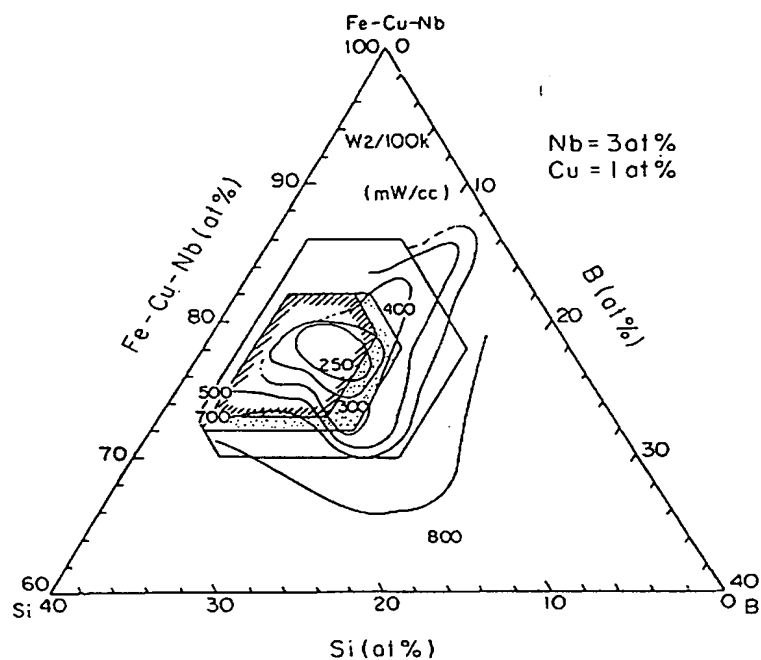
第 22 図



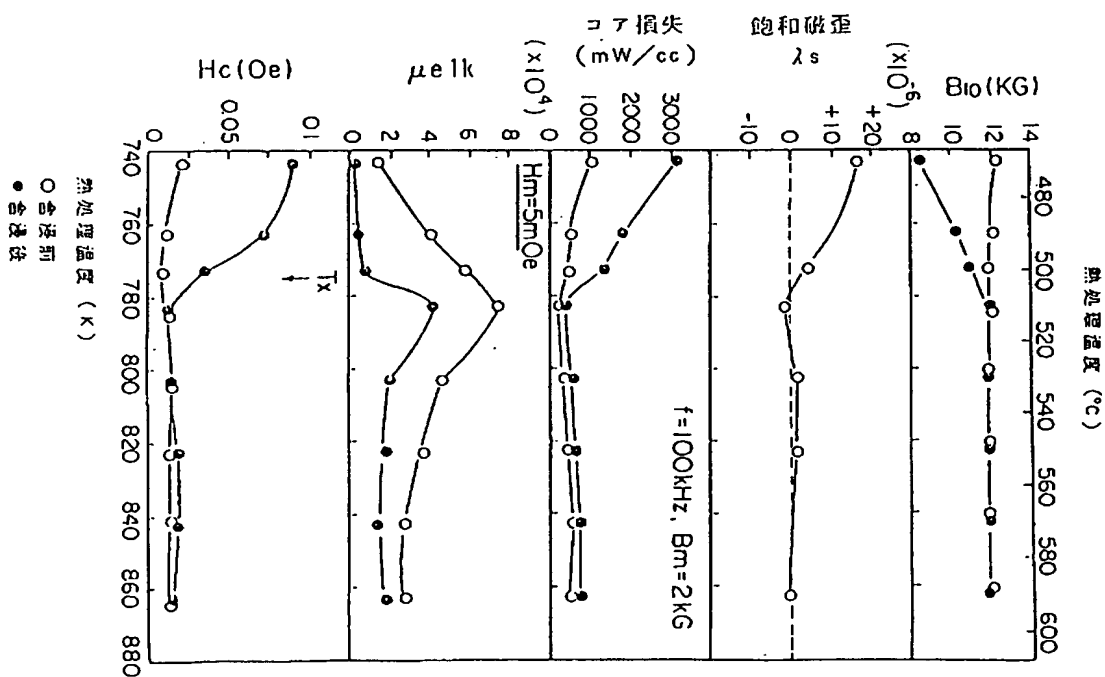
第 23 図



第 24 図

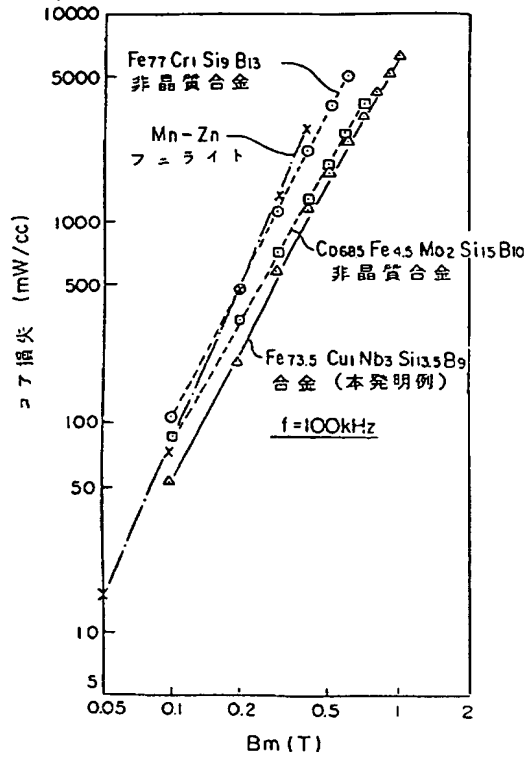


Fe-Cu₁-Nb₃-Si-B 系合金のコア損失 W₂/100k

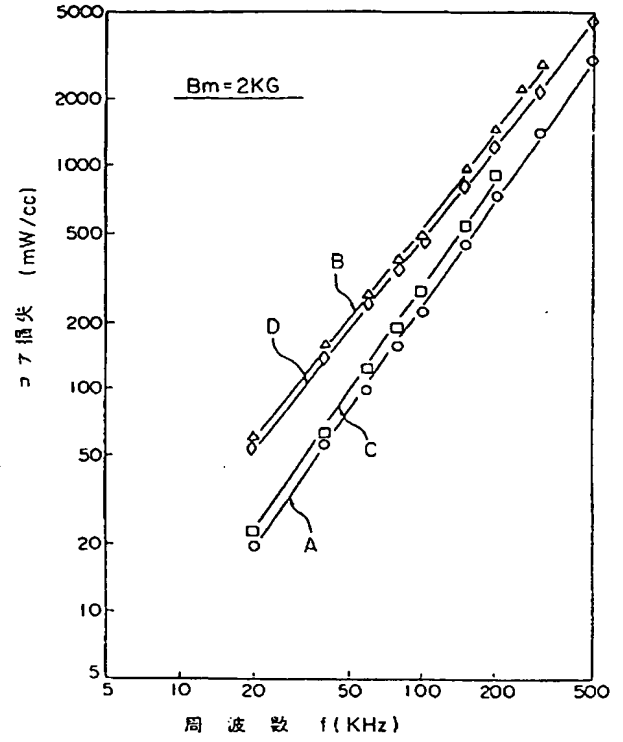


第 25 図

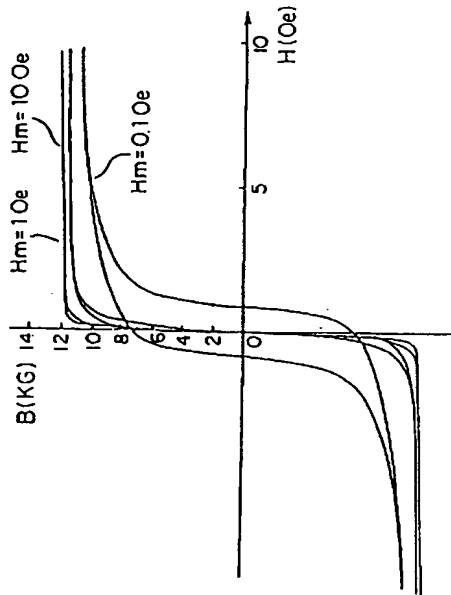
第 26 図



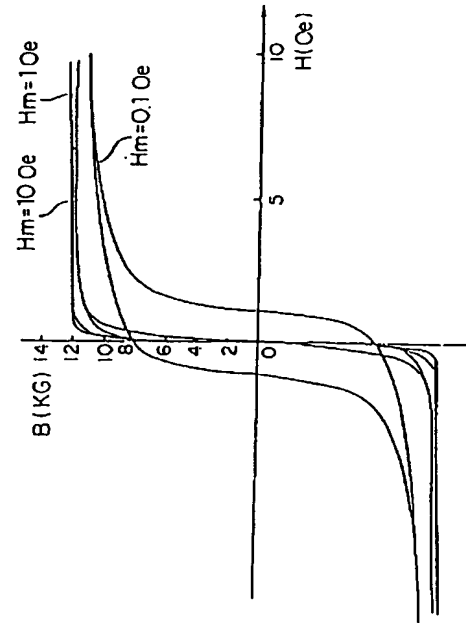
第 27 図



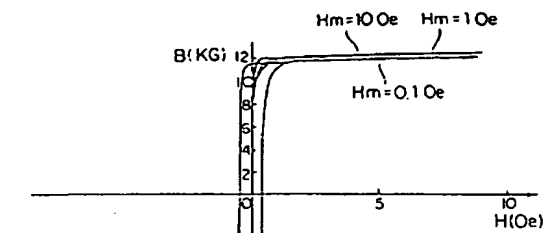
第 28 (a) 図



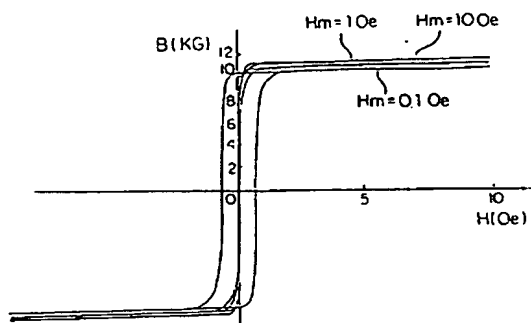
第 28 (b) 図



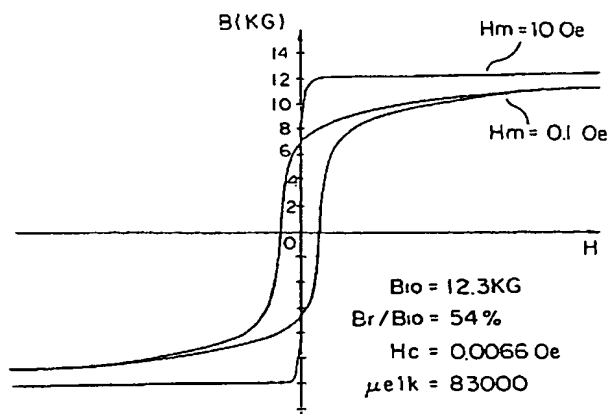
第 28 (c) 図



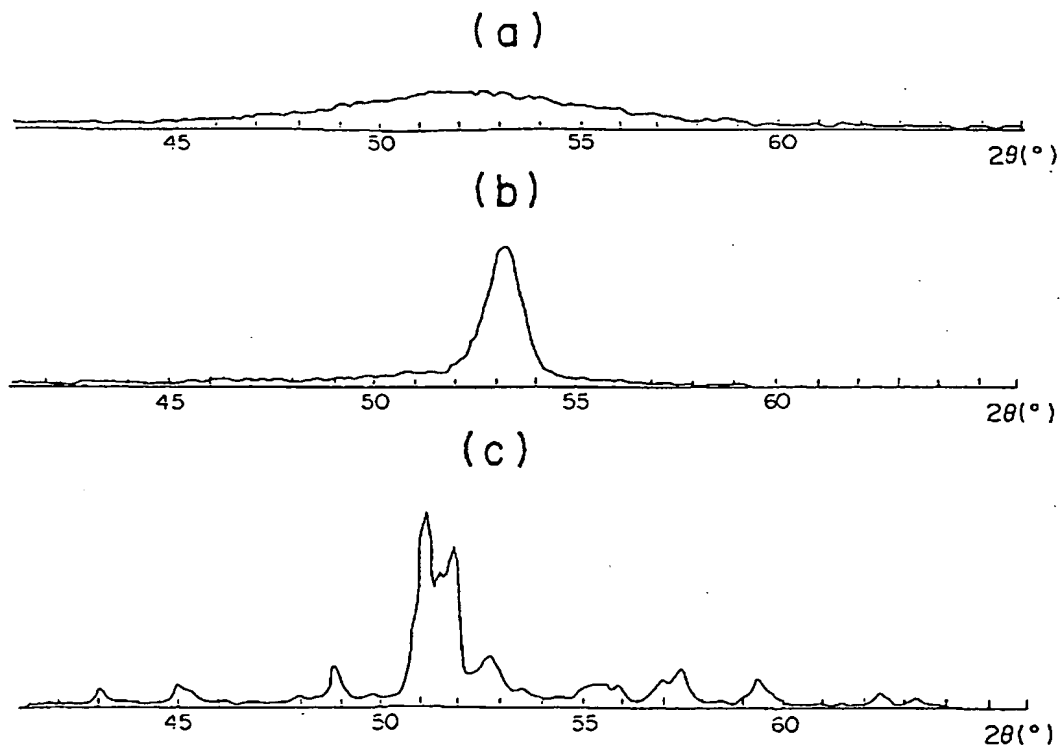
第 28 (d) 図



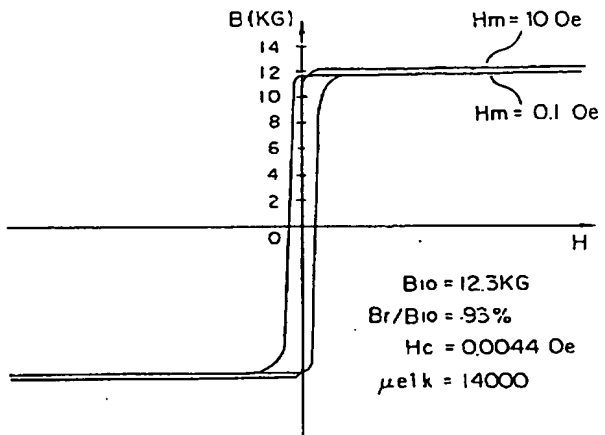
第 30 (a) 図



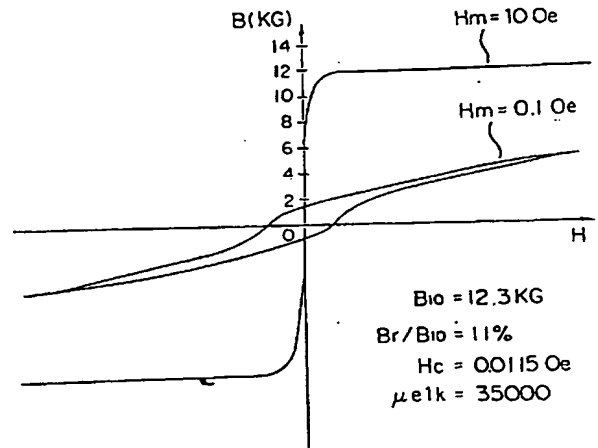
第 29 図



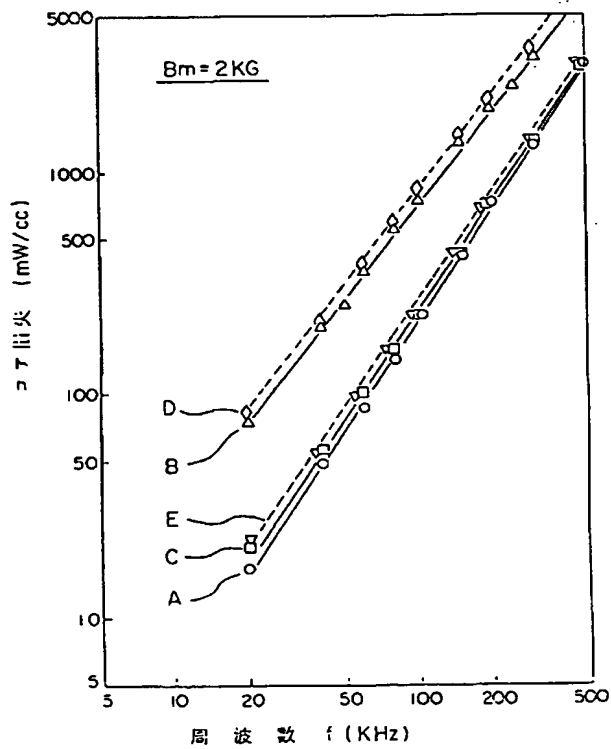
第 30 (b) 図



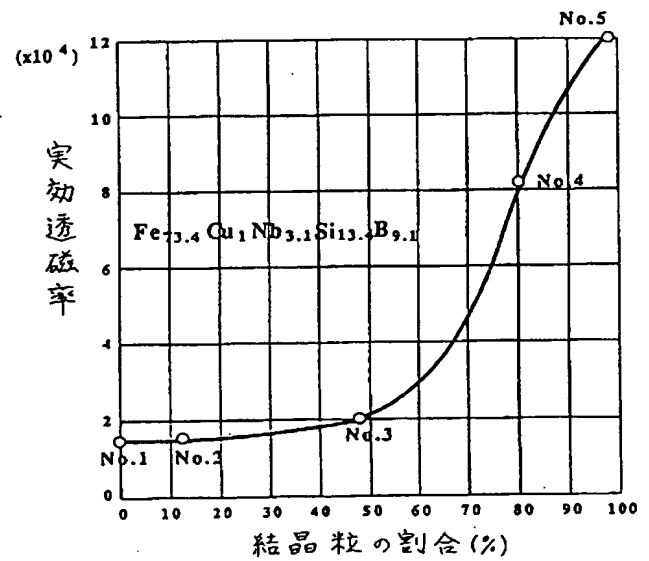
第 30 (c) 図



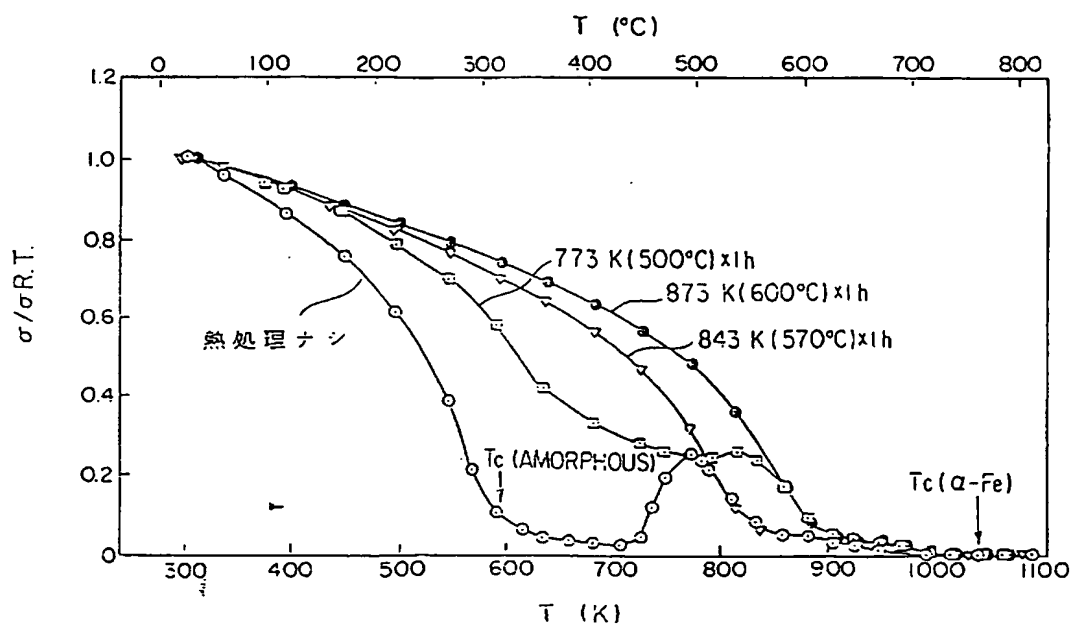
第 31 図



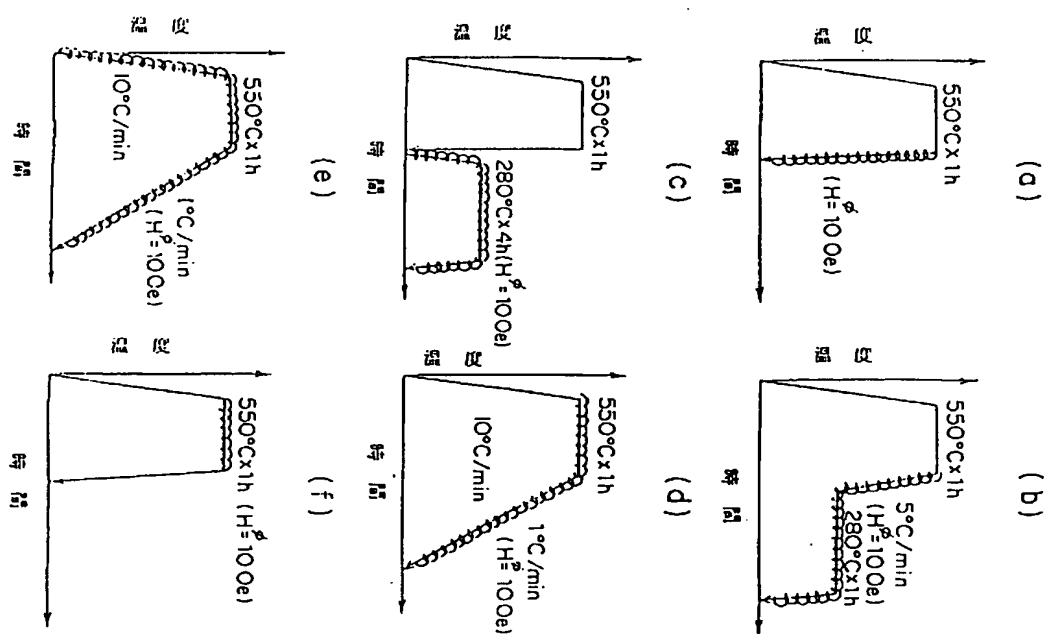
第34図



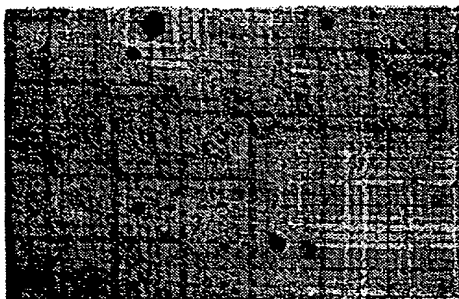
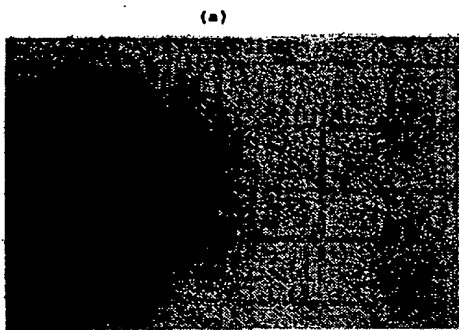
第 32 図



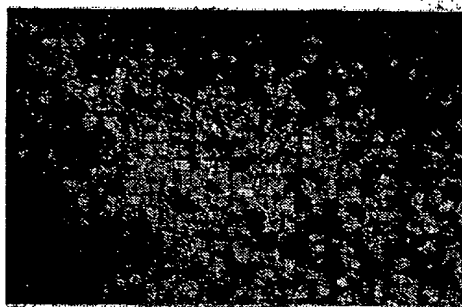
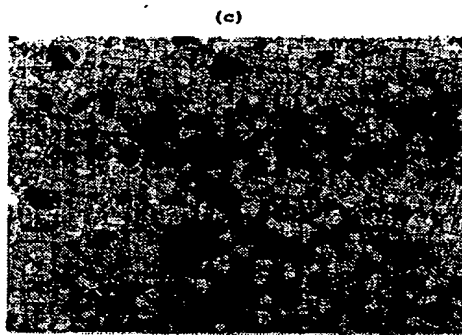
第 33 図



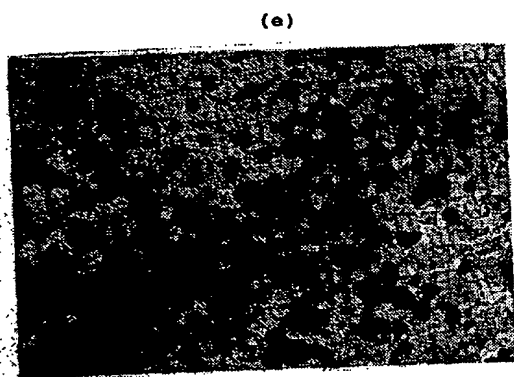
第35図 (その1)



第35図 (その2)



第35図 (その3)



第1頁の続き

優先権主張

②昭62(1987)3月13日③日本(JP)④特願 昭62-58577

②昭62(1987)6月1日③日本(JP)④特願 昭62-137995

手続補正書

平成3年2月18日

特許庁長官 植 松 敏 殿

1 事件の表示

平成2年特許願第231854号

2 発明の名称

Fe基軟磁性合金の製造方法

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 称 (508) 日立金属株式会社

4 代理人

住 所 東京都千代田区飯田橋1丁目8番10号

カースル・ウェルビル2階

電 話 (3261) 6266

氏 名 (8001) 弁理士 高 石 橋 馬

5 補正命令の日付

平成3年1月22日 (発送日)

6 補正の対象

明細書

7 補正の内容

別紙の通り

(1) 明細書第107ページ第13行～第14行の「試料No.

1の透過電子顕微鏡写真」を、「試料No.1の金属組織を示す透過電子顕微鏡写真」と訂正する。

(2) 同第107ページ第15行～第16行の「試料No.2の

透過電子顕微鏡写真」を、「試料No.2の金属組織を示す透過電子顕微鏡写真」と訂正する。

(3) 同第107ページ第17行～第18行の「試料No.3の

透過電子顕微鏡写真」を、「試料No.3の金属組織を示す透過電子顕微鏡写真」と訂正する。

(4) 同第107ページ第19行～第20行の「試料No.4の

透過電子顕微鏡写真」を、「試料No.4の金属組織の透過電子顕微鏡写真」と訂正する。

(5) 同第108ページ第1行～第2行の「試料No.5の

透過電子顕微鏡写真」を、「試料No.5の金属組織を示す透過電子顕微鏡写真」と訂正する。

